

分类号: TG146.2

学校代码: 10363

密 级: 公开

学 号: 2220210108



安徽工程大学

Anhui Polytechnic University

硕士学位论文

题 目 《选区激光熔化Ti-6Al-4V合金微观
组织和表面喷丸研究》

论 文 作 者 邓文龙

指 导 教 师 陈明

学 科 (专 业) 材料科学与工程

研 究 方 向 高性能金属材料及增材制造

论文提交日期: 2025 年 5 月 15 日

分类号：TG146.2

学校代码：10363

密 级：公开

学 号：2220210108

选区激光熔化 Ti-6Al-4V 合金微观组织和表面
喷丸研究

Study on Microstructure and Surface Shot Peening of
Selective Laser Melting Ti-6Al-4V Alloy

学生姓名：_____邓文龙_____

指导教师：_____陈明_____

专 业：_____材料科学与工程_____

研究方向：_____高性能金属材料及增材制造_____

论文答辩日期：2025 年 5 月 10 日

安徽工程大学学位论文原创性声明

本人郑重声明：我恪守学术道德，崇尚严谨学风。所呈交的学位论文，是本人在导师的指导下，独立进行研究工作所取得的成果。除文中已明确注明和引用的内容外，本论文不包含任何其他个人或集体已经发表或撰写过的作品及成果的内容。论文为本人亲自撰写，我对所写的内容负责，并完全意识到本声明的法律后果由本人承担。

学位论文作者签名：邓文龙

日期：2025 年 5 月 15 日

安徽工程大学学位论文版权使用授权书

学位论文作者完全了解学校有关保留、使用学位论文的规定，同意学校保留并向国家有关部门或机构送交论文的复印件和电子版，允许论文被查阅或借阅。本人授权安徽工程大学可以将本学位论文的全部内容编入有关数据库进行检索，可以采用影印、缩印或扫描等复制手段保存和汇编本学位论文。

保密 ☐，在 ____ 年解密后适用本版权书。

本学位论文属于

不保密 ☒。

学位论文作者签名：邓文龙

日期：2025 年 5 月 15 日

指导教师签名：陈明

日期：2025 年 5 月 15 日

选区激光熔化 Ti-6Al-4V 合金微观组织和表面喷丸研究

摘 要

Ti-6Al-4V (TC4) 合金凭借其出色的耐腐蚀性、抗蠕变性、生物相容性以及高比强度特性,在航空航天与生物技术领域得到广泛应用。传统成型技术在加工复杂结构 TC4 合金时面临精度与效率的双重挑战,而选区激光熔化 (Selective laser melting, SLM) 增材制造技术凭借快速成形、高致密度等优势,已成为制造高精度 TC4 构件的优选方案。然而,SLM 成形过程中较大的温度梯度与快速冷却易诱导形成非平衡 α' 马氏体和热应力,这对 TC4 合金的拉伸强度、耐磨性和疲劳寿命等关键力学性能造成不利影响,进而可能引发构件的潜在安全风险。通过适当的后处理工艺对 SLM 成形 TC4 合金组织和性能进行调控,对提高其可靠性和耐久性至关重要。本研究采用真空退火和表面喷丸两种方案对 SLM 成形 TC4 合金进行了后处理,并探讨了这些处理对合金显微组织和力学性能的影响及作用机制。研究的主要结论如下:

(1) 打印态 TC4 合金的显微组织为大量的针状 α' 马氏体和少量 β 相,这导致其具有高强度和低延展性,屈服强度为 1190 MPa,延伸率为 2.2%。退火处理后,针状 α' 相转变为 α 相, β 相含量略有增加。随着退火温度的升高,针状组织逐渐转变为网篮组织和 α 束集。经 750 °C 退火后,合金的屈服强度降至 1040 MPa,延伸率提高至 8.3%,

得到最佳的强塑性匹配。但继续升高温度,合金的强度和塑性均下降,这种现象与(0001)[11 $\bar{2}$ 0]滑移系统的施密德因子异常变化以及退火过程中可动位错的减少有关。打印态样品中存在明显的热应力,其平均残余拉应力达到 418 MPa,经过退火处理后,残余应力基本消除。

(2) 喷丸处理会使TC4合金表面粗糙度增加,且喷丸强度越高,表面粗糙度越大。当喷丸强度达到0.51 mmA时,TC4合金表面粗糙度Ra值从0.19 μm (磨削态)增加至4.47 μm 。多次喷丸可改善材料表面光洁度,降低表面粗糙度。经过三次喷丸处理后,TC4合金的Ra值降低至2.64 μm 。喷丸处理后材料表层晶粒显著细化,从喷丸表面到合金芯部,晶粒尺寸呈现出从纳米尺度到微米尺度的梯度变化规律。喷丸处理后,合金表面粗糙度增加以及表面自由能降低,进而导致润湿性降低。但所有喷丸TC4样品的水接触角均小于90°;表明其仍具有一定的润湿性。喷丸处理在TC4合金表层形成高水平残余压应力。随喷丸强度增加,其引起的塑性变形层以及残余压应力层深度均会增加。喷丸强度为0.51 mmA时,合金表面残余压应力和最大残余压应力值分别为-797.3 $\pm$ 42.9和-941.1 $\pm$ 41.4 MPa,且残余压应力最大值位于次表层50 μm 。多次喷丸处理可进一步增加近表层的残余压应力,并使最大残余压应力位置更趋近于表面,但其未有效增加喷丸影响层的深度。

(3) 喷丸处理可以有效提高 SLM 成形 TC4 合金表面的显微硬度。喷丸样品表面显微硬度值最高达到 460 HV_{0.2},较未喷丸样品提高了 19%。磨损试验表明,喷丸处理对 TC4 合金的磨损性能具有积极

的改善作用。特别地，喷丸样品在初始磨损阶段呈现稳定的低摩擦系数平台，且随着喷丸强度的增加，该平台期的持续时间延长。喷丸处理后样品的磨痕深度、宽度、磨损率和摩擦系数均低于未经处理的样品。喷丸样品的主要磨损机制为磨粒磨损和氧化磨损。喷丸处理能够显著提高 SLM 成形 TC4 合金的疲劳寿命，提升幅度最高达到 9.6 倍，且多次喷丸比单次喷丸的强化效果更显著。喷丸样品的裂纹源均位于表下，而未喷丸样品的裂纹源则萌生于表面的孔洞缺陷。喷丸诱导的表面加工硬化和残余压应力是提高 SLM 成形 TC4 合金疲劳性能的主要因素。

关键词：喷丸，选区激光熔化，Ti-6Al-4V，热处理，残余应力，磨损性能，疲劳寿命

STUDY ON MICROSTRUCTURE AND SURFACE SHOT PEENING OF SELECTIVE LASER MELTING Ti-6Al-4V ALLOY

ABSTRACT

Ti-6Al-4V (TC4) titanium alloy is widely used in aerospace and biotechnology due to its excellent corrosion resistance, creep resistance, biocompatibility and high specific strength. Traditional molding technologies face the dual challenges of precision and efficiency in processing complex structures of TC4 alloys, while additive manufacturing technologies such as selective laser melting (SLM) have become the preferred solution for manufacturing high-precision TC4 components due to the advantages of rapid forming and high densities. However, the large temperature gradient and rapid cooling during the SLM forming process tend to induce the formation of non-equilibrium α' martensite and thermal stresses, which adversely affect the key mechanical properties of TC4 alloys, such as tensile strength, wear resistance, and fatigue life, and may lead to a potential safety risk of the components. The modulation of the organization and properties of SLM-formed TC4 alloys through appropriate post-treatment processes is essential to improve their reliability and durability. In this study, two schemes, vacuum annealing and surface shot peening, were used to post-treat SLM-formed TC4 alloys, and the effects of these treatments on the microstructures and mechanical

properties of the alloys and their mechanisms of action were investigated. The main conclusions of the study are as follows:

(1) The microstructure of TC4 alloy in the printed state consists of a large amount of hard acicular α' martensite and a small amount of β -phase, which results in high strength and low ductility with a yield strength of 1190 MPa and an elongation of 2.2%. After the annealing treatment, the acicular α' phase was transformed to α phase with a slight increase in β phase content. With the increase of annealing temperature, the needle-like organization gradually transformed into basket weave organization and α bundle set. After annealing at 750 °C, the yield strength of the alloy decreases to 1040 MPa, and the elongation increases to 8.3%, obtaining the best strength-plasticity match. However, both the strength and plasticity of the alloy decrease by continuing to increase the temperature, a phenomenon related to the anomalous change in the Schmid factor of the (0001)[11 $\bar{2}$ 0] slip system and the reduction of movable dislocations during the annealing process. There are obvious thermal stresses in the printed state samples, and their average residual tensile stresses reach 418 MPa, which are basically eliminated after the annealing treatment.

(2) Shot peening increases the surface roughness of TC4 alloy, and the higher the shot peening intensity, the greater the surface roughness. When the shot peening intensity reaches 0.51 mmA, the Ra value of the surface roughness of TC4 alloy increases from 0.19 μm (in the ground state) to 4.47 μm . Multiple shot peening improves the surface finish of the material and reduces the surface roughness. After three times of shot peening, the Ra value of TC4 alloy was reduced to 2.64 μm . The grain size of the surface layer of the material was significantly refined after shot peening, and the grain size showed a gradient rule of change from the nanometer scale to

the micrometer scale from the surface of shot peening to the core of the alloy. After shot peening, the surface roughness of the alloy increased as well as the surface free energy decreased, which in turn led to a decrease in wettability. However, the water contact angles of all shot peened TC4 samples were less than 90° , indicating that they still have a certain degree of wettability. Shot peening creates a high level of residual compressive stress in the surface layer of the TC4 alloy. The depth of the plastic deformation layer and the residual compressive stress layer induced by shot peening increases with increasing shot peening intensity. At a shot peening intensity of 0.51 mmA, the residual and maximum residual compressive stresses on the surface of the alloy were -797.3 ± 42.9 and -941.1 ± 41.4 MPa, respectively, and the maximum residual compressive stress was located in the subsurface layer at 50 μm . Multiple shot peening treatments further increased the residual compressive stresses in the near-surface layer and brought the location of the maximum residual compressive stresses closer to the surface, but did not increase the depth of the shot-affected layer effectively. However, it is not effective in increasing the depth of the affected layer.

(3) Shot peening can effectively improve the microhardness of the surface of SLM-formed TC4 alloy. The surface microhardness value of the shot peened samples reaches up to 460 HV_{0.2}, which is 19% higher than that of the unpeened samples. Wear tests showed that the shot peening treatment had a positive improvement on the wear properties of the TC4 alloy. In particular, the shot peened samples showed a stable low coefficient of friction plateau during the initial wear phase, and the duration of this plateau period was prolonged with the increase of the shot peening intensity. The depth and width of wear marks, wear rate and coefficient of friction of the shot peened samples were lower than those of the untreated samples.

The main wear mechanisms of the shot peened samples were abrasive wear and oxidative wear. Shot peening can significantly improve the fatigue life of SLM-formed TC4 alloys by up to 9.6 times, and multiple shot peening has a more significant strengthening effect than single shot peening. The crack sources of the shot peened samples were all located under the surface, while the crack sources of the unpeened samples sprouted from the hole defects on the surface. Shot peening-induced surface work hardening and residual compressive stresses are the main factors that improve the fatigue properties of SLM-formed TC4 alloys.

Deng Wenlong (Materials Science and Engineering)

Supervised by Chen Ming

KEY WORDS: shot peening, selective laser melting, Ti-6Al-4V, heat treatment, residual stress, wear properties, fatigue life

目录

摘 要.....	I
ABSTRACT.....	IV
第 1 章 绪论.....	1
1.1 引言.....	1
1.2 钛合金概述.....	2
1.2.1 钛及钛合金.....	2
1.2.2 TC4 微观组织特征	3
1.3 SLM 成形技术	4
1.3.1 SLM 技术及原理	4
1.3.2 SLM 成形 TC4 合金进展	5
1.4 SLM 成形 TC4 合金的后处理	6
1.4.1 热等静压.....	7
1.4.2 热处理.....	7
1.4.3 表面强化处理.....	8
1.5 研究意义与内容.....	14
第 2 章 实验材料及方法.....	16
2.1 技术路线.....	16
2.2 实验材料.....	16
2.3 实验方法.....	17
2.3.1 热处理工艺.....	18
2.3.2 表面喷丸处理.....	18
2.4 微观组织结构分析.....	19
2.4.1 金相分析.....	19
2.4.2 XRD 分析	20
2.4.3 EBSD 组织分析	20
2.4.4 TEM 组织分析	20

2.5 表面粗糙度测试及形貌观察.....	20
2.6 表面润湿性测试.....	21
2.7 残余应力测试.....	21
2.8 力学性能测试.....	21
2.8.1 显微硬度测试.....	21
2.8.2 拉伸性能试验.....	22
2.8.3 磨损性能试验.....	22
2.8.4 疲劳性能试验.....	23
第 3 章 热处理对 SLM 成形 TC4 合金微观组织和力学性能的影响	24
3.1 引言.....	24
3.2 热处理对 SLM 成形 TC4 合金微观组织影响	24
3.3 热处理对 SLM 成形 TC4 合金残余应力的影响	30
3.4 热处理对 SLM 成形 TC4 合金力学性能的影响	31
3.4.1 显微硬度.....	31
3.4.2 拉伸性能.....	32
3.5 本章小结.....	35
第 4 章 喷丸处理对 SLM 成形 TC4 合金表面特性的影响	37
4.1 引言.....	37
4.2 TC4 合金喷丸表面特征	37
4.2.1 表面形貌分析.....	37
4.2.2 表面粗糙度分析.....	41
4.2.3 表面润湿性评估.....	43
4.3 喷丸变形层组织结构.....	46
4.3.1 喷丸表层金相组织.....	46
4.3.2 喷丸表面物相组成.....	48
4.3.3 喷丸表层微观结构特征.....	48
4.4 SLM 成形 TC4 合金喷丸残余应力	51
4.5 本章小结.....	53

第 5 章 喷丸处理对 SLM 成形 TC4 合金力学性能的影响	54
5.1 引言.....	54
5.2 喷丸强化层显微硬度.....	54
5.3 喷丸处理对 SLM 成形 TC4 合金耐磨性能的影响	56
5.3.1 摩擦性能.....	56
5.3.2 磨损机理分析.....	58
5.4 喷丸处理对 SLM 成形 TC4 合金疲劳性能的影响	62
5.4.1 疲劳性能.....	62
5.4.2 疲劳机理分析.....	62
5.5 本章小结.....	68
第 6 章 结论与展望.....	70
6.1 本文结论.....	70
6.2 研究展望.....	71
参考文献.....	72
攻读硕士学位期间发表的学位论文目录.....	89
致 谢.....	90

第 1 章 绪论

1.1 引言

钛合金因其高比强度、突出的耐蚀性、优异的抗蠕变能力以及良好的生物相容性，已成为航空航天、能源和生物技术等领域的关键材料^[1-3]。在众多战略金属材料中，钛合金已成为钢铁和铝合金之后的第三大关键结构材料。自 20 世纪初期以来，人类就开始研究和开发钛合金，随着科技不断进步，钛合金的应用范围也越来越广，对其性能和质量的要求也愈加严格。目前钛合金的种类已超过 100 种，但其中仅有 20 到 30 种在实际商业应用中被使用。众多钛合金中，Ti-6Al-4V (TC4) 因其优异的综合性能成为研究热点，是最具代表性的钛合金之一^[4]。

由于 TC4 合金具有导热性差、易产生应力开裂和高温氧化等问题，在实际应用中面临着制造困难，造成加工问题^[5-7]。该材料的传统制造工艺使用块状原材料，通过锻造、铸造和轧制成型，然后进行加工。这种生产方法不仅材料损耗大、周期长^[8]，而且在复杂结构成型和微观结构控制方面存在技术瓶颈，影响了材料性能的深度优化^[9-11]。针对上述挑战，增材制造 (Additive manufacturing, AM) 技术提供了创新的解决方案。其中，选区激光熔化 (Selective laser melting, SLM) 技术作为粉末床 AM 技术的代表，其使用激光作为热源，并具有粉末床沉积的特点，特别适合钛合金等复杂材料的成型。同时，它可以有效的满足复杂结构设计以及高性能整体成型的要求，具有材料利用率高、零件密度好、精度高等技术优势^[12]，在航空航天、医疗等领域有着广泛的应用。然而，SLM 制造涉及复杂的冶金过程，加热和冷却速度非常高，由此产生的疲劳失效问题仍是该技术应用的主要阻碍^[13,14]。此外，该工艺独特的热特性会对 TC4 成品的微观结构产生影响，并导致残余应力的形成，进而影响其宏观特性^[15]，从而带来潜在的安全风险。适当的后处理技术，如热处理^[16]、热等静压^[17]、激光冲击^[18]和表面喷丸^[19]等，可有效改善微观结构，消除热应力，提高致密度和减少表面缺陷，从而制造出性能优异的零部件。因此，研究后处理对 TC4 合金微观结构和机械性能的影响对提高其可靠性和耐用性非常重要。

1.2 钛合金概述

1.2.1 钛及钛合金

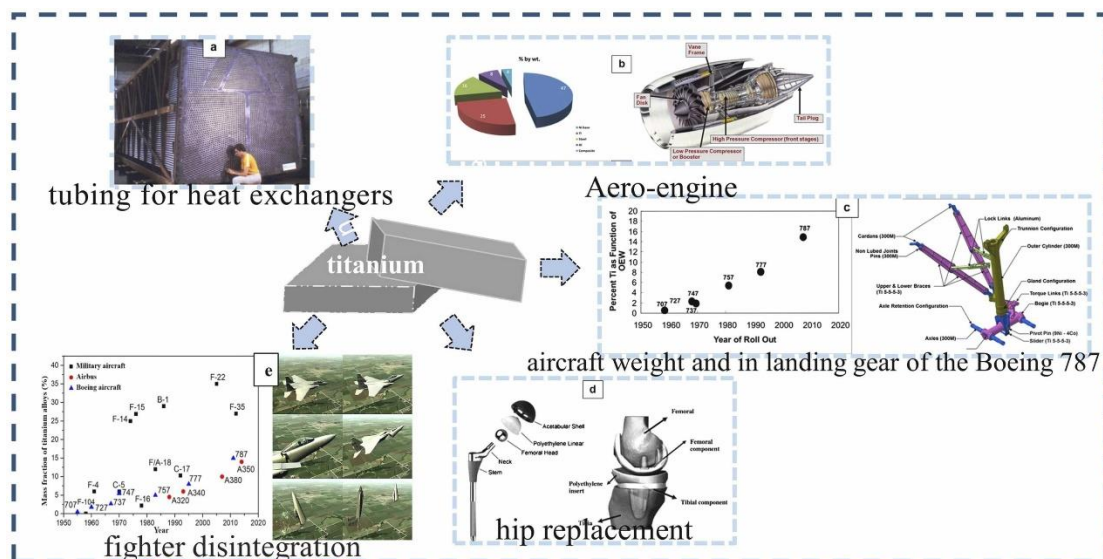
钛（Ti）是一种稀有且难熔的轻质金属^[20,21]，是地壳中第九常见的元素，但其工业化应用长期受制于复杂的还原提纯工艺。20 世纪 50 年代，美国第一次采用镁热还原法成功生产出海绵钛，由此开启了钛金属的规模化生产。对于纯 Ti，当热处理温度低于 β 相变点时，Ti 以密排六方（hcp）结构的 α 相存在，当温度超过该临界值后，其晶体结构转变为体心立方（bcc）的 β 相。这个相变温度并非固定值，实际生产中会受到合金成分和具体加工参数的影响^[22]。

钛合金作为一种重要的轻金属，以其优异的比强度、较宽的温度适用范围和良好的耐腐蚀性，被广泛应用于航空航天、军工和能源等领域，也被称为“战略金属”^[23-25]。钛合金中存在两种相，分别是 α 相和 β 相，根据退火后平衡态的相组成特征，钛合金可分为 α 型、近 α 型、 $\alpha+\beta$ 型、近 β 型和 β 型五大类^[26]。各领域钛合金的要求和类型如表 1.1 所示^[27]。钛合金的应用场景如图 1-1 所示^[28]。

表 1.1 钛合金在各应用领域中的产品类型及其性能要求^[27]

应用	性能要求	钛合金类型
航空航天	比强度高、耐高温、疲劳寿命长	α 型、近 α 型、 $\alpha+\beta$ 型、 β 型、近 β 型
医疗行业	弹性模量低、无毒、生物相容性好	$\alpha+\beta$ 型、 β 型、近 β 型
化工行业	耐腐蚀	α 型、近 α 型、 $\alpha+\beta$ 型
海洋工程	比强度高、耐腐蚀，无磁性	α 型、近 α 型、 $\alpha+\beta$ 型
建筑工程	耐腐蚀，高比强度，良好的金属光泽	α 型、 $\alpha+\beta$ 型、近 β 型
汽车行业	密度低，比强度高，耐腐蚀	$\alpha+\beta$ 型
车辆装甲	高比强度	$\alpha+\beta$ 型

作为一种典型的 $\alpha+\beta$ 双相钛合金，TC4 的微观组织主要由密排六方 α 相和体心立方 β 相组成。其化学构成中，Al 元素作为 α 稳定剂，能提升 β 相变温度，拓宽 α 相区，且在 α 相中该元素具有较高的固溶度，适量增加 Al 元素的含量，可以提高材料的力学性能。V 元素作为 β 同晶型稳定化元素，可降低 β 相转变温度，扩展 β 相范围，并完全溶于 β 相中，进而优化材料的强度、热稳定性和塑性。

图 1-1 钛合金应用场景^[28]

1.2.2 TC4 微观组织特征

TC4 合金作为一种典型的 $\alpha+\beta$ 型双相钛合金，其四种典型微观组织如图 1-2 (a~d) 所示^[29]，其中：

(a)：等轴组织，其以高体积分数的初生等轴 α 相均匀分布于 β 转变基体为特征，力学表现为优异的室温塑性变形能力（延伸率 $>15\%$ ）与高周疲劳极限（ $>500\text{ MPa}$ ），但受限于 α/β 相界面的弱约束效应，存在屈服强度与断裂韧性的协同劣化问题；

(b)：双态组织，呈现由离散分布的初生 α 相晶粒连接 β 基体构成的双相复合结构，通过 α 相晶界强化与 β 相固溶强化的协同机制，实现强度与塑性的优异匹配，同时因次生 α' 马氏体的有序分布获得提升的疲劳裂纹萌生抵抗能力；

(c)：网篮组织，网篮组织特征为短轴 α 板条在 β 基体内三维空间交错排列形成类网篮拓扑结构，其层状界面的位错钉扎效应赋予材料优良的抗蠕变特性，但交变载荷下的裂纹沿板条界面扩展导致疲劳强度较低；

(d)：魏氏组织，魏氏组织由取向一致的粗大 α 集束构成，通过 Hall-Petch 强化与织构强化机制表现出明显的强化效应，但受限于各向异性特征，其塑性指标与低周疲劳性能较差。

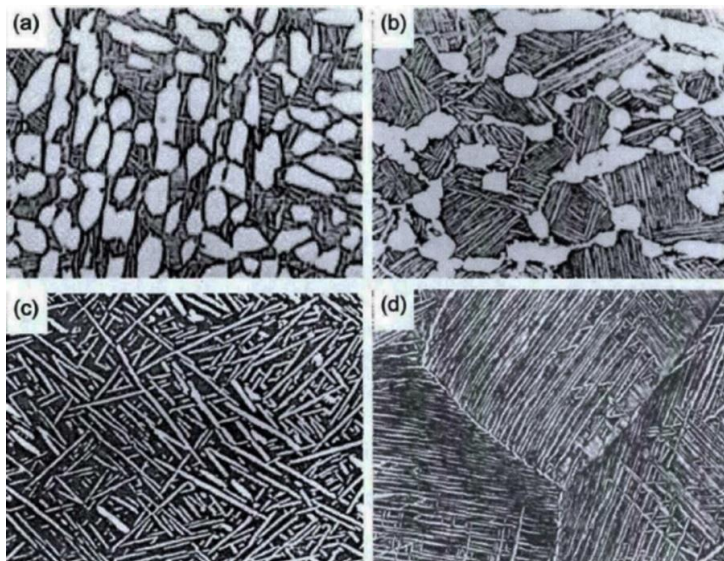


图 1-2 TC4 微观组织：(a) 等轴组织；(b) 双态组织；(c) 网篮组织；(d) 魏氏组织^[29]

1.3 SLM 成形技术

1.3.1 SLM 技术及原理

图 1-3 展示了整个 SLM 制造过程的示意图^[30]。SLM 是一种粉末床熔融技术，在惰性气体中使用高能激光逐层熔化粉末，熔化顺序与 CAD 模型一致^[31]。其成形过程首先将 3D 模型切割成多个薄层，每层厚度通常为 $20\sim 50\ \mu\text{m}$ ^[32, 33]，进料系统将粉末输送至熔化腔室，并在底板上铺撒薄层粉末。随后，激光束在构件横截面对应位置进行精确扫描，熔化并固定粉末。扫描完成后，底板向下移动相应距离，进料系统将另一层粉末铺在已熔层上，重复此过程直至打印完成。

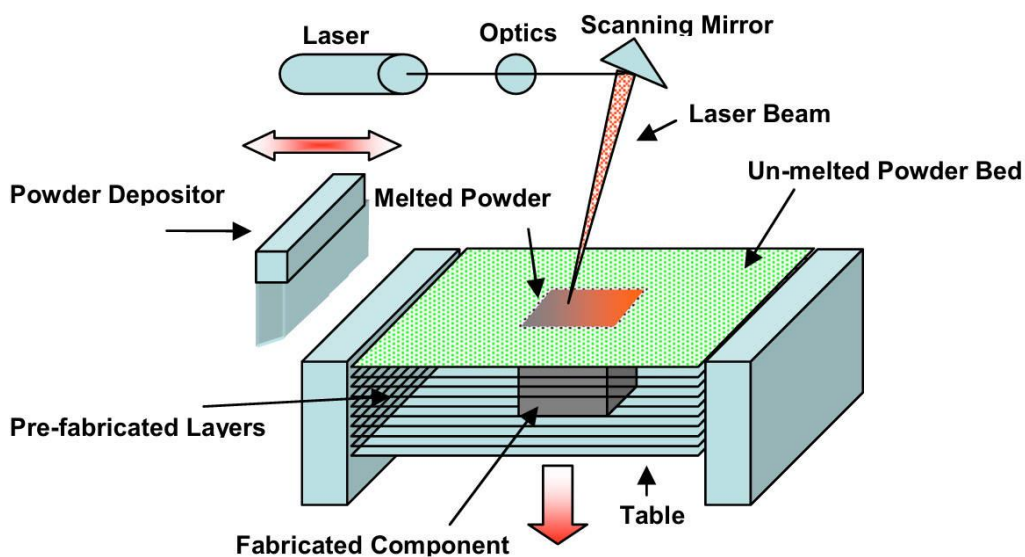


图 1-3 选区激光熔化工艺^[30]

1.3.2 SLM 成形 TC4 合金进展

SLM 工艺的冷却速率通常在 $10^3 \sim 10^5$ K/s 范围内^[34], 远远超过了 $\beta \rightarrow \alpha$ 和 $\beta \rightarrow \alpha'/\alpha''$ 马氏体转变所需的临界冷却速率^[35], 因此 TC4 合金在成形过程中直接从 β 相转变为 α' 或 α'' 马氏体相。与传统成形方法相比, SLM 制备的 TC4 构件屈服强度 (Yield strength, YS) 大于 1100 MPa, 但塑性较低 ($\epsilon_f < 10\%$)^[36]。这种低塑性主要是由于 TC4 合金在快速冷却过程中形成了 α' 马氏体, 其微观结构特性容易引发裂纹的萌生和扩展^[36-40]。在逐层扫描过程中, 后打印层在冷却时会产生收缩, 这种收缩受到下层限制, 导致新打印层产生拉应力, 并将额外的压应力传递至先前打印层。随着构件逐层打印, 这些应力逐渐在内部积累, 最终影响构件的整体性能^[41]。由于 SLM 成形过程复杂且精密, 为了获得高质量构件, 必须对加工参数进行严格优化。研究表明, 孔隙率和孔隙取向对 TC4 合金的宏观延展性影响较大^[42], 降低孔隙率可提高性能^[43]。Xu 等^[44]通过保持其他参数不变, 仅调节粉末层厚度 (30 μm 、60 μm 和 90 μm) 观察到不同的微观结构 (图 1-4)。其中, 层厚为 30 μm 时, 柱状结构最细 (图 1-4a, 平均宽度 15 μm), 与 60 μm 和 90 μm 层厚相比 (图 1-4b 和 c, 平均宽度 70 μm) 表现出更快的冷却速率。

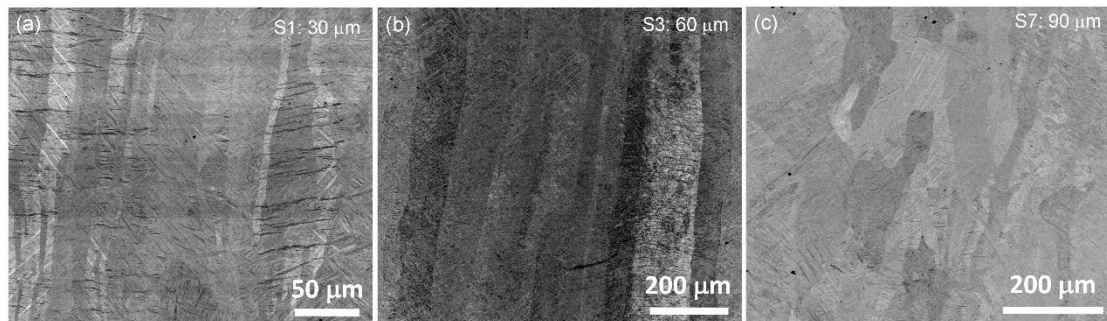


图 1-4 不同层厚的典型 SEM 微结构: (a) 30 μm ; (b) 60 μm ; (c) 90 μm ^[44]

材料构建取向对合金性能影响较大。如图 1-5 所示, 沿厚度方向构建的样品表现出更高的极限抗拉强度 (1236 MPa), 但延伸率 (Elongation, EL) 较低 (8.5%), 而沿长度方向构建的样品则因冷却速率较慢而形成高 α/α' 相位比和较多的残留 β 相, 导致其抗拉强度降低至 1065 MPa, 但延伸率增加至 13.6%^[45]。

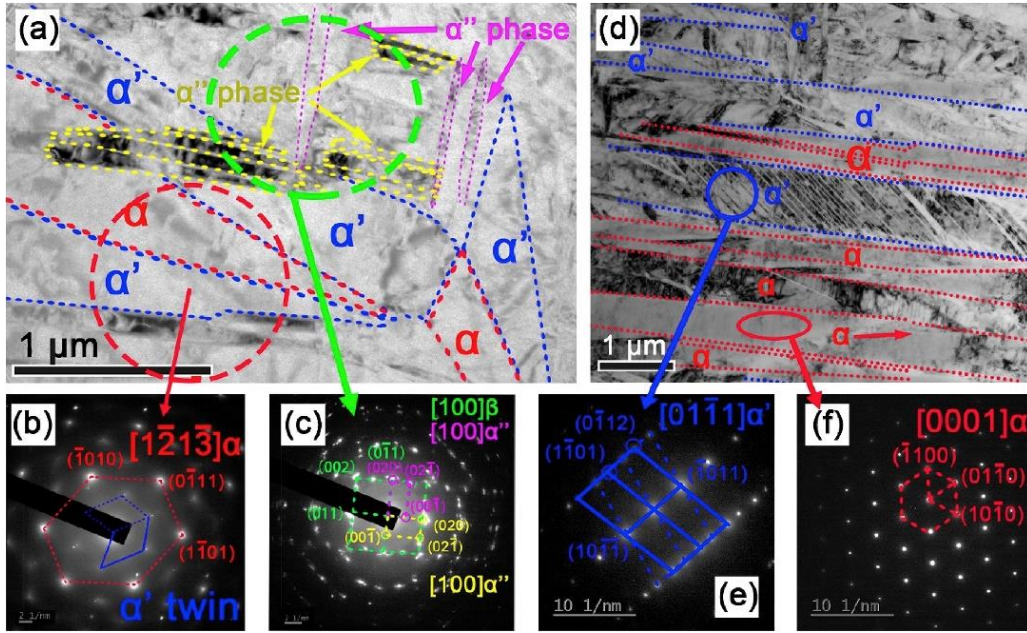


图 1-5 沿厚度 (a~c) 和长度 (d~f) 方向构建的 SLM 成形 TC4 合金具有相应 SAED 图案的明场 TEM 图像^[45]

Zheng 等^[46]通过优化 SLM 扫描策略,在 67.5° 扫描策略下可实现较低的机械压缩性能和显微硬度,该策略适用于工业钛合金制造。Zafari 等^[47, 48]通过调整 SLM 参数,成功制备了具有完全 α' 马氏体微观结构的 SLM 成形 TC4 合金。该合金展现出优异的延展性 ($\epsilon_f \sim 15\%$),明显优于传统层状 ($\alpha + \beta$) 结构的 SLM 成形 TC4 合金。SLM 成形 TC4 合金的微观结构以 α' 相为主,但其仍含有极少量 β 相。在 α'/β 界面处的应变不相容性导致裂纹萌生和断裂,消除残留 β 相可能进一步提升合金的延展性能。为调控合金性能,研究人员通过调节层厚度、能量密度和焦距等加工参数对原位马氏体进行分解,制备了新型超细结构(层状结构,粒径 200~300 nm),结果表明,该工艺制备的合金具有拉伸延伸率 11.4%、屈服强度 1100 MPa 以上,优于传统工艺制备的 TC4 合金^[49]。

1.4 SLM 成形 TC4 合金的后处理

SLM 成形 TC4 合金具有典型的针状 α' 马氏体结构,屈服强度较高,但延展性和抗疲劳性能相对有限,因此不适合用作结构材料^[50]。采用热等静压、热处理和表面喷丸处理等后续工艺技术,可以有效优化微观结构,消除热应力,提高致密度,并降低表面缺陷对材料性能的影响,从而制备综合性能优异的零部件。

1.4.1 热等静压

热等静压（Hot isostatic pressure, HIP）作为一种先进的烧结成型工艺，是通过将待处理材料置于密闭容器中，在高温下施加均匀的高压，最终实现产品的高效烧结和致密。HIP 工艺可有效降低 SLM 成形构件的孔隙率，与打印态样品相比，经 HIP 处理后样品的残余应力明显降低， β 相含量略有增加。Leuders 等^[51]认为，经 HIP 处理后的样品延伸率更高，从打印态的 4% 提升至 13.8%，但 HIP 处理温度对延伸率的影响并不明显。另一项研究指出，虽然孔隙率降低本身与延伸率无直接关联，但提高 HIP 处理温度却能在 SLM 成形 TC4 合金中实现更高的延伸率。Su 等^[52]发现经过 HIP 处理的 SLM 成形 TC4 合金在 500MPa 载荷条件下，其疲劳寿命能够达到原始样品的 10 倍以上。

1.4.2 热处理

实现钛合金的高强度、高延展性和高韧性一直是材料开发和应用的关键目标。热处理作为一种重要的材料加工技术，主要通过调整晶粒尺寸、晶界特性和相组成来有效改善钛合金的机械性能。常见的热处理工艺有退火、正火、淬火和回火等。有研究表明，热处理可以促进 α' 马氏体向 α 相的转变，消除打印态 (As-SLMed) 构件中的部分残余应力，从而获得优异的强塑性匹配性能^[53]。热处理温度也会影响 SLM 成形的 TC4 合金的相组成。与 As-SLMed 样品相比，经热处理的样品中检测到了 bcc 结构的 (110) β 和 (200) β 衍射峰，这表明在加热过程， α' 相转变为 α 和 β 相^[54]。

从图 1-6 所示的衍射峰变化可以看出，随着热处理温度的升高， β 相的含量先增加后减少，这与过饱和的 α' 相向 α 相转变过程中 V 元素的排出导致 α 相中 Al 元素浓度增加有关。由于 Al 原子尺寸大于 V 元素，晶面间距的扩大使得衍射角发生左移。Zhang 等^[55]通过高能 X 射线衍射表征了 As-SLMed 和经 900 °C 热处理 (HT-900) 样品在拉伸变形过程中的微观结构。结果表明，As-SLMed 样品的 α' 相初始位错密度较高，而 HT-900 样品的 α' 相在塑性变形过程中能够有效储存位错。这一发现有效解释了 As-SLMed 样品的屈服强度高而 HT-900 样品塑性好的主要原因。研究发现^[51]，退火是消除 SLM 成形构件残余应力的理想热处理

工艺, 虽然提高退火温度会导致极限抗拉强度 (Ultimate tensile strength, UTS) 下降, 但断裂延伸率增加表明塑性增加, 这种力学性能变化与 β 相含量上升有关。

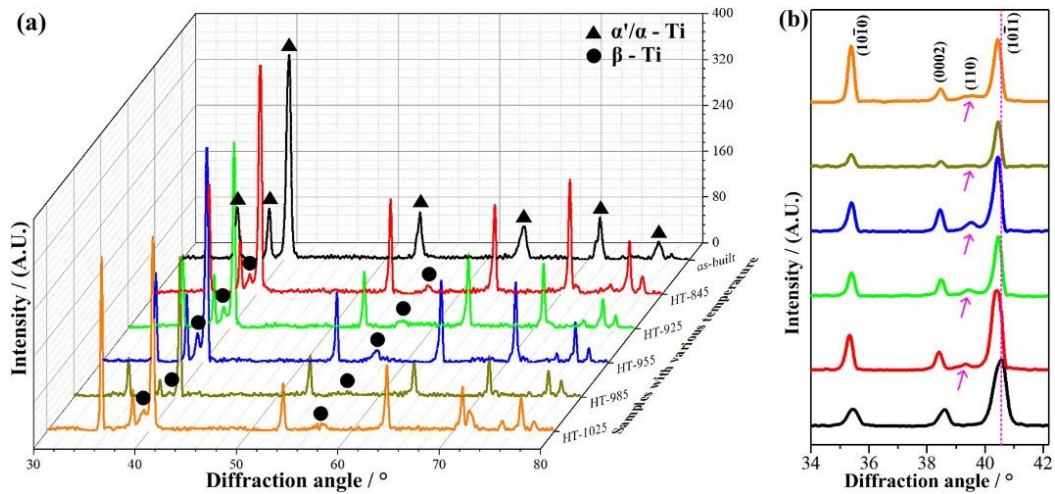


图 1-6 As-SLMed 和热处理样品的 XRD 图谱^[54]

Khorasani^[56]团队的研究进一步证实, 提高退火温度会导致 SLM 成形 TC4 合金强度降低, 但延展性提高, 尤其是在 $\alpha+\beta$ 双相区退火后, 材料性能符合医疗标准。北京工业大学崔丽等^[57]对 TC4 合金进行了不同退火温度的热处理研究, 发现随着退火温度的升高, 初生 β 晶粒内的 α' 相转变为 α 相, 且 α 相板条的长宽比逐渐降低。退火温度升高时, 抗拉强度从 961 MPa 降至 870 MPa, 而延伸率先上升后降低。在 890 °C 的退火温度下, SLM 成形的 TC4 合金展现出最佳综合性能, 抗拉强度保持在 941 MPa 的同时延伸率达到 11.1%, 较未退火样品提高了 126.5%。在磨损性能方面, 有研究发现随着退火温度的升高, As-SLMed 样品的磨损率和摩擦系数 (Coefficient of friction, COF) 先升高后降低, 当退火温度升至 1060 °C 时材料获得最佳耐磨性能^[58]。

1.4.3 表面强化处理

在采用 SLM 技术制造 TC4 合金时, 为了保证材料在实际应用的稳定性和可靠性, 对其疲劳、磨损等性能的研究至关重要。研究发现, SLM 技术制备的金属材料内部易产生孔隙、未熔合等微观缺陷, 同时加工表面的粗糙度特征和残余应力分布状态都可能对其力学性能产生影响^[59, 60]。表面形变强化工艺, 如脉冲磁场冲击技术和喷丸强化技术等, 能有效提升金属构件的疲劳性能^[61, 62]、耐蚀性^[63]以及耐磨性^[64]。此外, 这些处理技术还能对材料表面形貌、微观组织硬度和内部应

力状态进行优化改善^[65-67]。

(1) 脉冲磁场冲击技术 (Pulsed magnetic field, PMF) 作为电磁脉冲加工领域的发展方向之一, 其凭借非接触式加工优势在材料改性领域获得广泛应用。该技术通过高压电容瞬时放电产生高强度脉冲磁场, 这种磁场会在材料近表层诱导出感应电流, 从而促进材料微观结构优化, 最终提升其力学性能和疲劳强度。Zhang 等^[68]证实 PMF 处理可以实现 TC4 合金中残余应力的积累, 并提高位错密度。Hu 等^[69]研究了 PMF 对 SLM 形成 TC4 合金高周疲劳寿命的影响。研究表明, 经过 PMF 处理后样品的平均疲劳寿命提高了 471.13%, 寿命离散程度降低了 10.63%。Wang 等^[70]应用 PMT 对 TC4 合金的低周疲劳性能进行改善, 使 TC4 合金的寿命提高了 30%以上, 阈值提高了 7.8%。

(2) 喷丸强化工艺, 喷丸强化的核心要素包括喷丸装置、喷丸介质和喷丸参数。喷丸装置主要有气动式和叶轮离心式两类。气动喷丸机可以精确调节喷丸角度、喷丸距离等, 因此具有良好的灵活性和高效率。

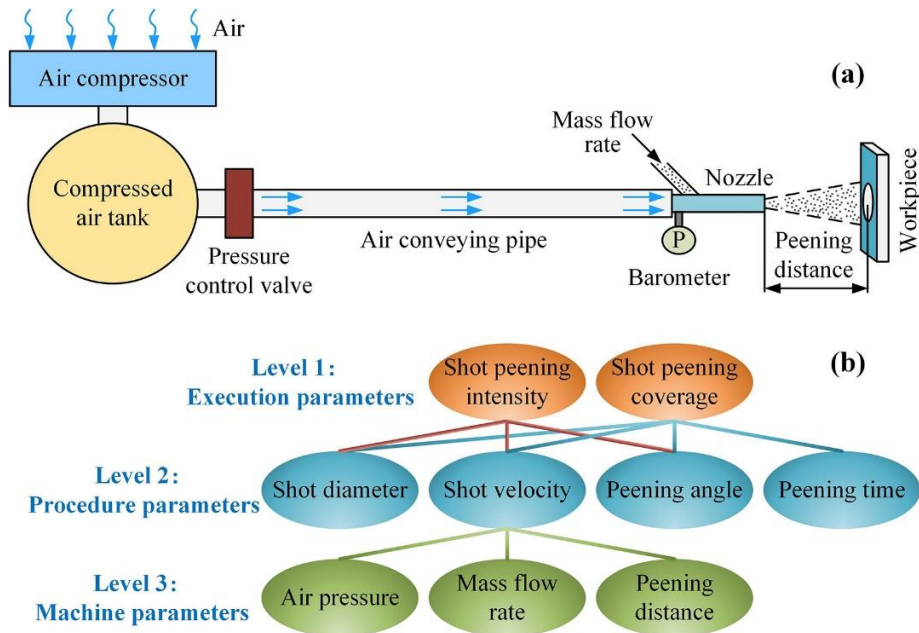


图 1-7 (a) 气动喷丸机的工作原理; (b) 喷丸参数^[71]

图 1-7 (a) 显示了气动喷丸机的工作原理^[71], 它通过压缩空气加速弹丸高速撞击工件, 细化晶粒尺寸并产生残余压应力 (Compressive residual stress, CRS)。如图 1-7 (b) 所示, 喷丸工艺的核心控制参数主要是介质尺寸、表面覆盖率和喷丸强度。喷丸介质的选择较为广泛, 其中铸钢丸、玻璃丸和陶瓷丸是最典型的介

质类型。这些参数的优化组合对喷丸效果具有重要影响,为了避免弹丸材料的表面损伤和应力集中,弹丸一般设计成球形。Wu 等^[72]发现弹丸直径是影响喷丸强度的重要因素,当其它参数固定的情况下,增加弹丸直径可以提高喷丸强度。此外,通过调整气压和喷丸距离等参数可有效控制喷丸速度,以达到理想的喷丸强化效果。Ito 等^[73]认为,弹丸的速度取决于喷丸压力;喷丸压力越高,弹丸速度越高。Könitzer 等^[74]采用了一种配备光学速度测量系统的气动喷丸机,以 S110 为喷丸介质进行了实验。在 70°喷丸角度下,他们发现喷丸强度与速度之间存在明显的线性关系,即喷丸速度每增加 5 m/s,其强度便会相应提升 0.01 mmA。

由于喷丸强度无法直接进行测量,工程中普遍采用 Almen 试片法间接表示。该方法通过喷丸处理标准的 Almen 试片,并利用弧高测量仪测定其变形弧高来测试喷丸强度。目前,Almen 试片包括 A、C 和 N 三种标准类型,分别适用于不同强度范围:A 型试片(厚度 1.27 mm)适用于 0.15~0.60 mmA 的强度测量,C 型试片(厚度 2.39 mm)用于强度超过 0.60 mmA 的情况,N 型试片(厚度 0.79 mm)则用于强度低于 0.15 mmA 的测量^[75]。有研究指出,材料表面特性与喷丸强度有关,随着喷丸强度增加,CRS 层深度增加,表面粗糙度也相应增加^[76,77]。

喷丸覆盖率是指构件表面经过喷丸处理后,实际形成的弹痕面积与预期需要喷丸处理的面积之间的比值。该比值用于准确衡量喷丸处理对构件表面的覆盖程度,确保喷丸工艺达到预期效果。通常,为达到 100%构件覆盖率可能会导致过度喷丸,从而导致喷丸效益降低^[78,79]。完全覆盖虽能增强表面硬化效果并形成深层 CRS 结构,但过度喷丸可能会导致表面损坏和疲劳寿命下降^[80]。Lundberg 等^[81]通过 12 种不同喷丸尺寸、强度和覆盖率的组合实验发现,较小的喷丸尺寸、100%覆盖率和较低喷丸强度可产生最大残余应力,而较大的喷丸尺寸、更高喷丸强度和 300%覆盖率则导致较低的残余应力。研究进一步表明,高喷丸强度对残余应力的影响大于增加覆盖率,且在低喷丸强度下,增大喷丸尺寸对低应力区域的穿透深度影响更为明显。

在传统喷丸强化技术基础上,近年来涌现出多种创新工艺并逐步推广应用。例如超声波冲击喷丸、激光冲击喷丸和高压水射流喷丸等新型处理方式,这些方法的出现为该项技术的发展注入了新活力。

超声喷丸 (Ultrasonic Shot Peening, USP) 技术通过超声波激发的高频机械振动直接作用于金属构件表面, 实现材料性能优化。其核心优势在于能够以 100~300 m/s 的弹丸速度实现材料表面的塑性变形, 这一特性使其较传统喷丸技术具有更优秀的表面强化效果。Mordyuk 等^[82]证实, USP 处理可导致材料表层发生明显的晶粒细化, 从而增强材料的抗腐蚀性和耐磨性^[83]。此外, Zhang 等^[84]的研究表明, USP 处理可使 SLM 成形 TC4 合金的显微硬度提升较大, 其最大值达到 468 HV_{0.025}, 较未处理样品提高 25%, 具体结果如图 1-8 所示。

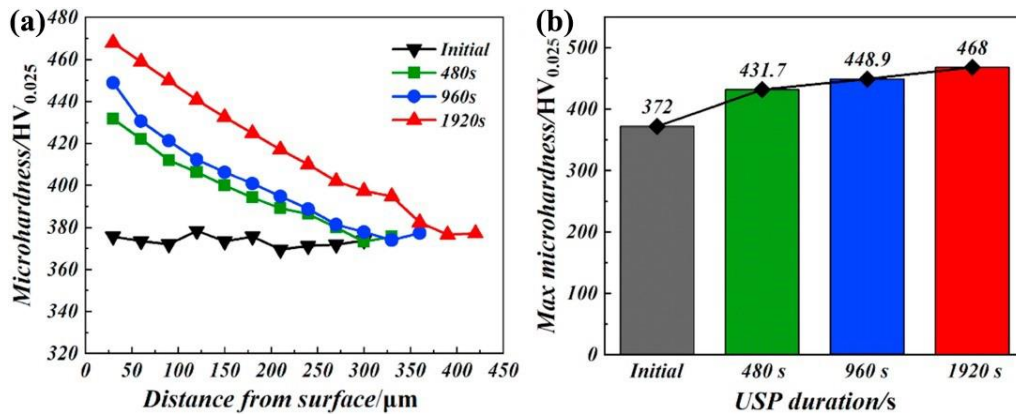


图 1-8 SLM TC4 合金在 USP 处理前后的显微硬度: (a) 显微硬度深度分布; (b) USP 持续时间对最大显微硬度的影响^[84]

激光冲击喷丸 (Laser shock peening, LSP) 利用高能量 (GW/cm^2) 和短脉冲 (ns) 的激光束照射目标表面。产生向目标材料内传播的高压冲击波 (GPa)。与传统喷丸技术相比, LSP 具有明显优势, 其可在材料内部形成更深的残余压应力层, 产生更高的冲击波压力, 并实现晶粒细化和表面强化效果。Zhang 等^[85]发现, 经过单次 LSP 和双次 LSP 处理后, TC4 合金在 2×10^6 次循环下的疲劳强度分别提高至 264 和 306 MPa, 较未处理样品 (216 MPa) 分别提高了 22.2% 和 41.7%。Kalentics 等^[86]提出了三维激光冲击喷丸 (3D-LSP) 技术, 其中使用增材制造和 LSP 交替实现逐层动作。3D-LSP 在调控增材制造部件的孔隙率、残余应力分布和微观结构以及同步金属材料的强度和韧性方面效果较好^[87-89]。

高压水射流喷丸 (Water cavitation peening, WCP) 技术利用高压水发生系统, 通过将低压水流增压转化为高动能射流, 并直接作用于金属零部件的表面, 该过程诱导材料表层在达到再结晶温度的条件下经历塑性形变, 从而促成理想的残余

压应力场与微观组织结构的形成。与常规喷丸相比，WCP 具有表面粗糙度小和灵活使用等优点。Takakuwa 等^[90]对由 TC4ELI 材料制成的脊柱植入物棒进行微动疲劳测试，实验结果表明，通过 WCP 处理，脊柱植入物夹具在微动疲劳作用下的强度提高了 2.2 倍。

(3) 喷丸强化机制，喷丸强化是一种基于机械作用的表面处理技术，其核心机制是通过高速弹丸对材料表面进行反复撞击，诱发金属表层的非均匀弹塑性变形。该技术主要通过以下三种机制实现表面改性：(a) 增加表面粗糙度，(b) 在近表层区域引入应变硬化效应，以及 (c) 在材料内部形成特定的残余应力场。喷丸处理还可能通过引入多种缺陷和界面改变材料的微观结构，例如诱导纳米级晶体的形成^[63]。

材料表面或近表面区域在承受拉应力时容易引发疲劳失效和应力腐蚀失效。通过减少这些区域的拉应力水平，可以有效防止裂纹的形成和扩展，从而延长部件的使用寿命。研究表明，喷丸处理能够优化由磨削、机械加工或热处理导致的表面应力分布，改善金属表面状态，这一过程在工程上被称为应力强化^[91]。图 1-9 的残余应力分布示意图展示了这一效应。

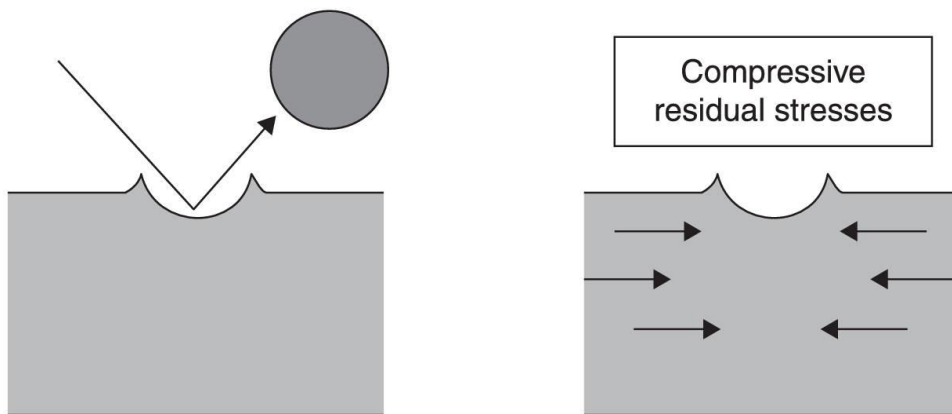


图 1-9 喷丸强化示意图^[91]

除了引入残余压应力外，喷丸处理还通过组织强化机制提升材料性能，其通过优化材料的微观组织结构，从而提高表面硬度、屈服强度和耐磨性。当高速弹丸撞击材料表面时，表层会因剧烈撞击而发生塑性变形，导致晶粒细化，使位错密度增加并改变其形态。对于强度等级较低的材料，这种微观结构的改变对提高疲劳强度尤为关键。但需要注意，处理过程中表面形成的凹凸形貌会加大粗糙程

度，容易引发应力集中现象，进而成为裂纹萌生的潜在起点。实际工程应用中，喷丸强化的效果是应力强化与组织强化共同配合产生的综合结果。

(4) 喷丸强化技术研究现状，喷丸强化技术作为一种重要的金属表面强化工艺，近年来在航空、汽车、压力容器以及汽轮机等诸多工业领域得到了广泛的应用和深入的研究。Liu 等^[92]采用透射电子显微镜表征了 TC4 合金喷丸后表面的微观结构，结果如图 1-10 所示。分析表明，喷丸处理后 TC4 合金表层的平均晶粒尺寸为 64.6 nm。随着深度的增加，衍射图谱由连续环状特征转变为不连续环状特征，表明晶粒尺寸明显增大。Uzan 等^[93]对 SLM 成形 AlSi10Mg 合金在喷丸处理后的抗疲劳性能进行了探究，他们发现喷丸处理后的合金相较于 AM 样品具有更深的疲劳裂纹起裂深度。喷丸所引入的残余应力以及近表面区域发生的应变硬化作用有效地抑制了微裂纹的扩展，从而增强合金的抗疲劳性能和耐久性。

Xu 等^[94]研究了不同加工表面 TC4 合金经喷丸处理后的疲劳性能，结果表明，喷丸处理后的样品较未处理样品具有更高的疲劳强度。此外，喷丸处理后的裂纹主要分布在近表层和侧面区域，证明喷丸处理对裂纹萌生有明显的抑制作用。Klotz 等^[95]研究了不同喷丸工艺对 IN718 合金疲劳性能的影响，发现低周疲劳（Low cycle fatigue, LCF）性能主要受表面粗糙度控制，而高周疲劳（High cycle fatigue, HCF）性能则由残余应力主导，研究发现，喷丸处理使 IN718 合金的 HCF 寿命提升了 20 倍。

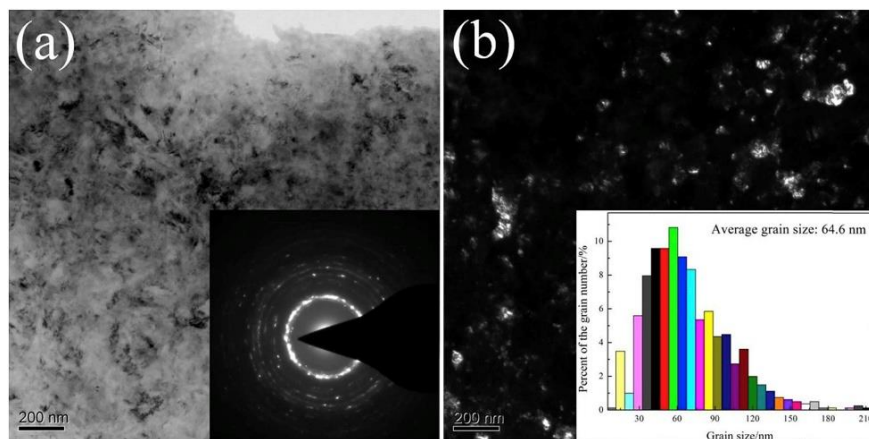


图 1-10 TC4 合金喷丸处理表面的透射电镜图像：(a) TEM 明场像，插图为电子衍射图；

(b) TEM 暗场像，插图为粒度分布图^[92]

喷丸处理对金属材料表面特性的优化及应用在多项研究中得到合理阐释。

He 等^[96]研究表明, 304 奥氏体不锈钢经喷丸处理后形成 700 μm 梯度塑性变形层, 表层晶粒细化至纳米级并伴随显微硬度梯度分布特征, 近表面孔隙率降低与孔隙球化可以提升材料的疲劳性能^[97]。Deng 等^[98]发现高能喷丸处理使纯钛表面粗糙度增加并形成纳米结构, 可有效促进骨细胞粘附与活性。针对复合强化工艺, Luo 等^[99]采用激光冲击与常规喷丸协同处理 TC4 合金, 通过残余压应力场与位错梯度组织的协同作用, 使材料疲劳寿命提升 9.3 倍。蔡雨晴等^[100]对 CF53 钢的喷丸参数进行研究, 结果表明, 当喷丸气压控制在 0.3~0.7 MPa 范围内时, 材料表面凹坑形貌特征参数与弹丸直径呈正相关关系, 表面粗糙度、显微硬度及硬化层厚度的协同提升使摩擦系数和磨损率降低。Yang 等^[101]研究了高能喷丸对 TC17 拉伸性能的影响, 发现高能喷丸后的 TC17 在晶粒细化、高密度位错、加工硬化和残余压应力的综合作用下具有更好的强度-延展性平衡, 其中屈服强度和极限拉伸强度分别提高了 10.1%和 13.9%。

1.5 研究意义与内容

TC4 合金因其高比强度、优异的耐蚀性、抗蠕变性和良好的生物相容性, 在航空航天、能源和生物技术等领域得到广泛应用。然而, 由于 SLM 成形过程中极高的温度梯度、快速冷却速率以及复杂的热循环历史, SLM 成形 TC4 合金常出现微观结构不均匀、残余应力场复杂及表面缺陷敏感性等问题, 严重制约了其在关键装备中的可靠性应用。为改善上述问题, 采用热处理、热等静压处理、激光冲击及表面喷丸等后处理技术, 可有效优化材料微观结构、消除热应力、提高致密度并降低表面缺陷敏感性, 从而提升 SLM 构件的综合性能。本研究针对 SLM 成形的 TC4 合金, 利用先进的表征方法系统研究了热处理和喷丸处理对合金微观组织、表面形貌、残余应力、力学性能等的影响, 所得结果对于促进 SLM 钛合金的工程应用具有重要意义。本文具体研究内容如下:

(1)研究了退火温度对 SLM 成形 TC4 合金的组织结构和力学性能的影响。在 750~950 $^{\circ}\text{C}$ 真空退火温度区间内, 分析退火温度对 SLM 成形 TC4 合金相组成、显微组织形貌、残余应力的影响; 通过室温拉伸试验并结合断口分析, 揭示不同热处理状态下材料的断裂机制。

(2) 研究了不同喷丸工艺对 SLM 成形 TC4 合金表面特性的影响。利用扫描电子显微镜 (Scanning electron microscope, SEM)、透射电子显微镜 (Transmission electron microscope, TEM)、X 射线衍射 (X-Ray diffraction, XRD) 和残余应力仪等设备对不同喷丸工艺下 TC4 合金的表面形貌和粗糙度、润湿角、微观组织、相组成和残余应力场等进行表征研究, 深入理解喷丸工艺与合金表面特性之间的关系。

(3) 研究了喷丸处理对 SLM 成形 TC4 合金力学性能的影响。通过显微硬度测试、疲劳性能测试及摩擦磨损实验, 并结合磨痕特征和疲劳断口形貌分析, 探讨了喷丸处理对合金耐磨性及疲劳性能的影响机制。

第 2 章 实验材料及方法

2.1 技术路线

本文的研究技术路线如图 2-1 所示。

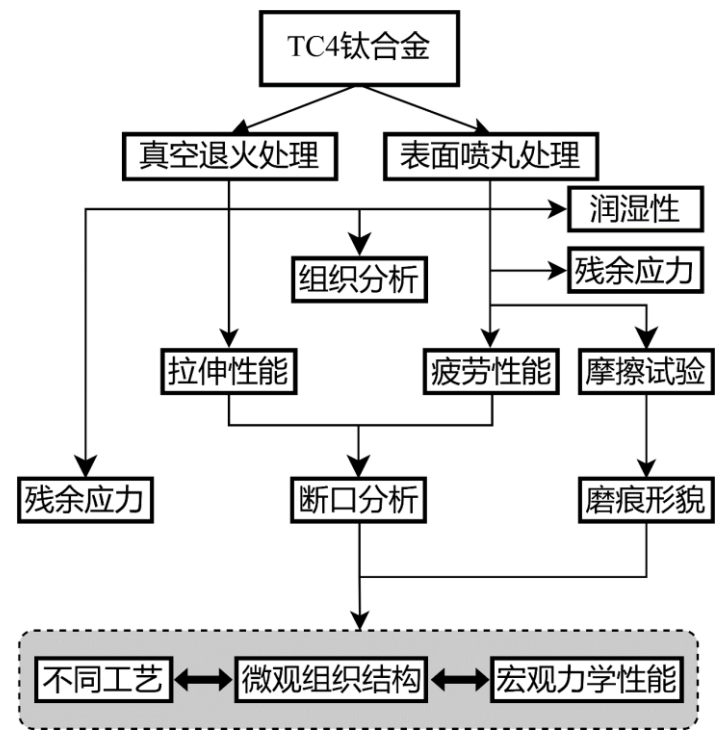


图 2-1 SLM 成形 TC4 合金热处理及喷丸强化研究技术路线

2.2 实验材料

本试验选用雾化法制备的球形 TC4 合金粉末，其化学成分见表 2-1。如图 2-2 所示，TC4 粉末呈现良好的球形形貌，粒径在 10~65 μm 之间成正态分布。实验前先将粉末在 100 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥 24 h，以去除粉末中的水分。样品成形采用德国 EOS 公司的 M290 激光打印机，基板使用钛板。具体成形工艺参数为：激光功率 200 W，扫描速度 1200 mm/s，扫描间距 110 μm ，铺粉厚度 30 μm ，为尽量降低打印形成的局部残余应变，相邻两层的打印方向进行 67 $^{\circ}$ 旋转。成形过程中，基板温度维持在 120 $^{\circ}\text{C}$ ，工作室通入氩气以防止样品氧化。如图 2-3 (a) 所示，最终成形的 TC4 合金尺寸为 14 mm (X 方向) $\times$ 14 mm (Y 方向) $\times$ 70 mm (Z 方向)。图 2-3 (b) 为 SLM 成形金属样品实物图。

表 2-1 TC4 粉末组成 (wt. %)

Al	V	Fe	C	O	N	Ti
5.9	4.1	≤ 0.15	≤ 0.05	≤ 0.05	≤ 0.05	Bal.

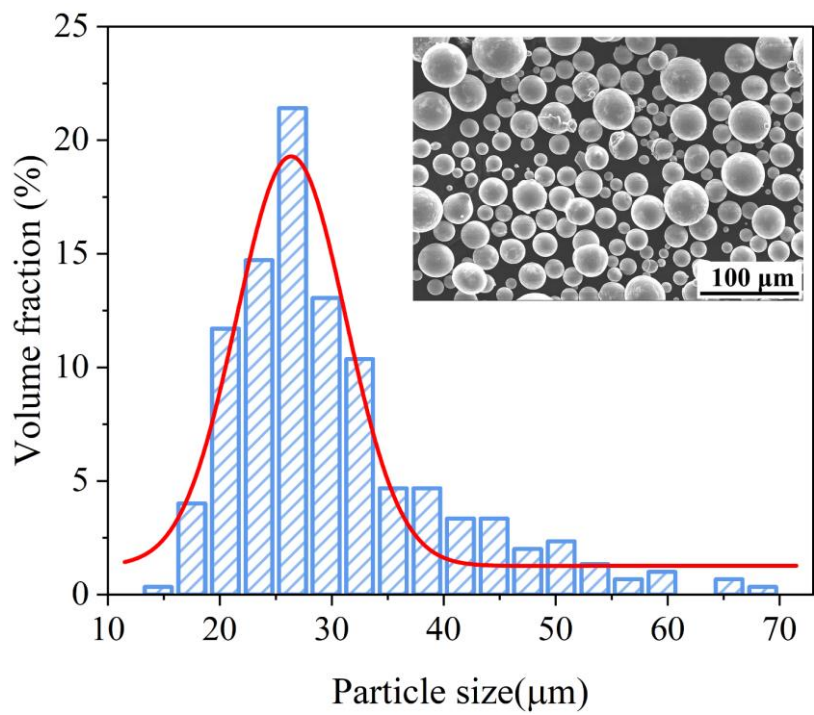


图 2-2 TC4 粉末微观形貌及粒径分布图

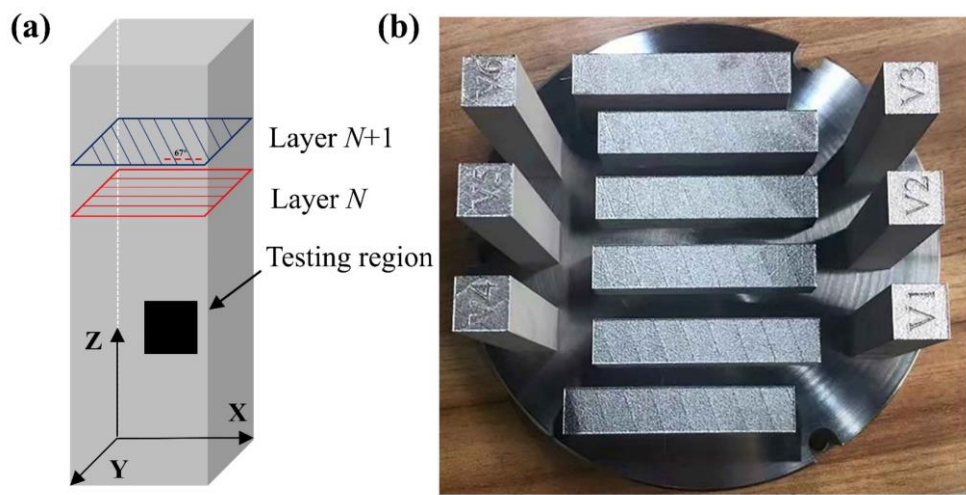


图 2-3 (a) SLM 样品尺寸示意图; (b) SLM 成形金属样品

2.3 实验方法

本文通过退火处理和表面喷丸强化对 SLM 成形 TC4 合金进行改性, 探究了不同退火温度及喷丸工艺对其组织结构和性能的影响。实验内容主要包括: 退火

处理后合金的微观组织表征、残余应力分析、拉伸性能测试；喷丸强化后材料表面形貌与粗糙度测量、残余应力分布、喷丸层组织特征、喷丸表面润湿性、耐磨性及疲劳性能的测试与分析。

2.3.1 热处理工艺

采用电火花线切割从基板上获取 SLM 成型 TC4 样品，将其分为两组：一组作为 As-SLMed 样品直接测试；另一组在 GSL-1700X 型真空管式炉中进行退火处理，升温速率为 $10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ，分别在 750 、 800 、 850 、 900 和 $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下保温 2 h 后空冷至室温，相应样品依次记为 HT750、HT800、HT850、HT900 和 HT950。

2.3.2 表面喷丸处理

采用复合喷丸工艺对尺寸为 $70\text{ mm}\times 14\text{ mm}\times 7\text{ mm}$ 的 SLM 成形 TC4 合金样品进行表面强化处理，具体喷丸参数见表 2-2。喷丸处理前，将 As-SLMed 样品在 $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下退火 4 h 以消除内应力，并对所有样品进行 2000 #砂纸机械研磨预处理。图 2-4 为去应力退火态 TC4 样品的金相组织形貌。

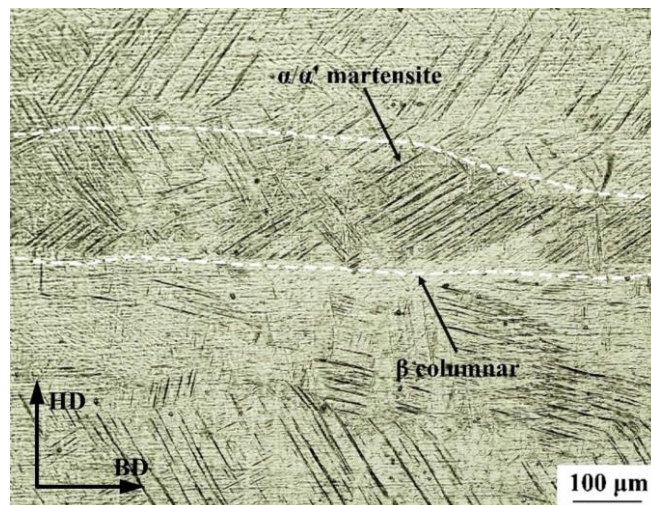


图 2-4 TC4 去应力退火态组织

喷丸处理分为三个阶段：（1）采用铸钢丸（S230，平均硬度 50 HRC）进行单次不同强度（0.21、0.31、0.41 和 0.51 mmA）的喷丸；（2）在单次喷丸基础上，使用陶瓷丸（Z210，平均硬度 65 HRC）进行二次喷丸（喷丸强度 0.17 mmA）；（3）采用玻璃丸（G100，平均硬度 5.5 Moh）在二次喷丸的基础上进行三次喷丸（喷丸强度 0.1 mmA）。喷丸采用气动喷丸机完成，喷丸强度由 A 型 Almen 试

片的弧高值确定，喷嘴直径为 8 mm，喷嘴与样品间距保持 100 mm。Almen 弧高测定仪及喷丸机如图 2-5 所示。为便于区分，样品分别标记为：去应力退火态（AS）、去应力退火后磨削样品（AS+M）、传统喷丸样品（SP0.21、SP0.31、SP0.41、SP0.51）以及复合喷丸样品（SP0.51+0.17、SP0.51+0.17+0.1）。



图 2-5 (a) Almen 弧高测定仪和 (b) 气动喷丸机

表 2-2 复合喷丸工艺参数

喷丸次序	样品编号	气压 (MPa)	弹丸直径 (mm)	喷丸强度 (mmA)	喷丸时 间(s)	覆盖 率
一次（铸钢丸）	SP0.21	0.1	0.6	0.21	6	100%
一次（铸钢丸）	SP0.31	0.18	0.6	0.31	6	100%
一次（铸钢丸）	SP0.41	0.26	0.6	0.41	6	100%
一次（铸钢丸）	SP0.51	0.4	0.6	0.51	6	100%
二次（陶瓷丸）	SP0.51+0.17	0.7	0.21	0.17	8	100%
三次（玻璃丸）	SP0.51+0.17+0.1	0.6	0.125	0.1	12	100%

2.4 微观组织结构分析

2.4.1 金相分析

使用 Zeiss Axiolab A1 光学显微镜观察 TC4 合金的金相组织。样品的制备方法如下：As-SLMed 样品和热处理态样品沿 XOZ 面切割为 5 mm×5 mm×2 mm 尺寸，喷丸样品则从喷丸侧表层区域切割成 5 mm×3 mm×2 mm。样品经热镶处理后，依次使用 240 #至 2000 # SiC 砂纸进行机械研磨，随后采用 3.5 μm 和 1 μm 金刚石喷雾抛光剂进行抛光，直到表面无划痕为止。抛光后样品经 10 min 超声

清洗并吹干。采用 Kroll 试剂 ($\text{HF}:\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}=2:4:100$) 对样品腐蚀 10 s, 随后用清水反复冲洗并酒精清洗吹干, 以备显微观察。

2.4.2 XRD 分析

为进行物相分析, 将打印态和热处理态 TC4 合金在与金相观察位置切割成 $5\text{ mm}\times 5\text{ mm}\times 2\text{ mm}$ 的样品。除喷丸表面可直接测试外, 其余样品均需进行机械研磨、抛光及超声清洗等表面处理。采用 Rigaku Ultima IV 型 X 射线衍射仪进行测试, 测试条件为: $\text{Cu-K}\alpha$ 辐射, 电压 40 kV, 电流 50 mA, 扫描范围 $30^\circ\sim 80^\circ$ (2θ), 扫描速率 $2^\circ/\text{min}$, 步长 0.01° 。

2.4.3 EBSD 组织分析

采用机械抛光与振动抛光工艺制备样品。依次使用 240 #至 2000 # SiC 砂纸对 SLM 成形样品进行机械研磨, 采用 $3.5\text{ }\mu\text{m}$ 和 $1\text{ }\mu\text{m}$ 金刚石抛光剂抛光至表面无划痕。待样品经去离子水冲洗后, 进行 4 min 超声清洗并吹干, 以确保表面清洁无杂质。最后使用 SiC 悬浮液振动抛光 30 min。电子背散射衍射 (Electron backscattered diffraction, EBSD) 测试在样品表面以下 $100\text{ }\mu\text{m}$ 深度范围内进行, 具体测试参数为: 电压 20 kV, 扫描步长 $0.12\text{ }\mu\text{m}$, 通过 HKL Channel 5 软件进行数据后处理。

2.4.4 TEM 组织分析

为了进行 TEM 微观组织观察, 将 XOZ 面的打印态和热处理样品切割成 $8\text{ mm}\times 15\text{ mm}\times 1\text{ mm}$ 的片状样品。依次使用 240 #至 1500 # SiC 砂纸粗磨至厚度 $80\text{ }\mu\text{m}$, 随后用冲孔器制取直径 3 mm 的圆片样品。将样品固定在 2000 # SiC 砂纸上细磨至 $60\text{ }\mu\text{m}$ 左右, 再通过离子减薄仪 (PIPS II, Gatan 695) 减薄至穿孔。采用透射电子显微镜 (加速电压 200 kV) 观察微观组织, 所得数据通过 DigitalMicrograph 软件进行后处理。

2.5 表面粗糙度测试及形貌观察

打印态样品依次使用 240 #至 2000 # SiC 砂纸进行机械研磨。采用 SuperView W1 非接触式光学轮廓仪测定样品表面三维形貌和粗糙度, 测试面积为 2.4×2.4

mm²，步长 1 μm。每个样品随机选取三条等高线测量粗糙度参数，包括轮廓算术平均偏差 (Sa)、表面高度分布标准差 (Sq) 和峰谷值 (Sv)。利用 SU8600 型场发射扫描电子显微镜（工作电压 15 kV，电流 10 μA）对喷丸表面、横截面及磨损表面进行观察，并对喷丸及磨损表面进行 EDS 分析以获取化学成分信息。

2.6 表面润湿性测试

为评估合金的润湿性，采用接触角测量仪 (SDC-100S) 测量样品表面与去离子水的接触角。去离子水被认为是评估生物材料润湿性的理想液体。将去离子水液滴平稳均匀地滴在 TC4 合金表面上，待液滴稳定铺展后，运用三点法精确测量液滴与样品表面的接触角。为确保数据的准确性，每个样品重复 3 次实验。

2.7 残余应力测试

采用 DS-21 型 X 射线残余应力分析仪对 TC4 合金的残余应力进行测量。残余应力测量设备及 D-Spacing 与 $\sin^2\psi$ 的线性关系拟合情况如图 2-6 所示。为了研究喷丸处理后 TC4 合金残余应力沿深度方向的分布特征，使用 Kroll 试剂 (HF:HNO₃:H₂O=2:4:10) 对其表面进行逐步剥层。X 射线管在 25 kV 电压和 30 mA 电流下工作，光斑直径为 2 mm。采用 Cu-K α 辐射 ($\lambda=1.54056 \text{ \AA}$)，衍射晶面为 Ti 的 (213) 面，衍射角为 139.69°，应力常数 S2/2 和 S1 分别为 $11.88 \times 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$ 和 $-2.83 \times 10^{-6} \text{ MPa}^{-1}$ 。

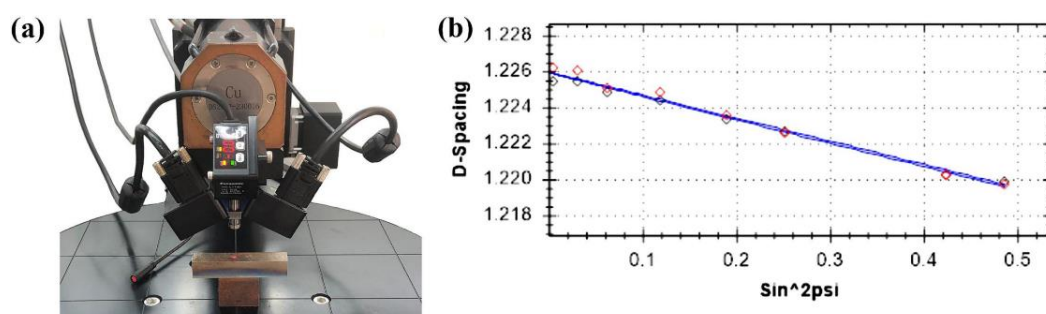


图 2-6 (a) 残余应力测量的实验装置；(b) D-Spacing 与 $\sin^2\psi$ 线性关系拟合

2.8 力学性能测试

2.8.1 显微硬度测试

使用 TMVS-1 型显微硬度计进行显微硬度测试，测试载荷为 200 gf，载荷保

持 10 s。测试前样品表面经抛光处理至金相分析标准。对于热处理样品，在样品中心区域随机选取 5 个点进行测试，除去最大值和最小值后取平均值作为最终结果。对于喷丸处理样品，沿深度方向按梯度测试，测试点分别位于距表面 0、10、25、50、75、100、150、200、250、300、350 和 400 μm 处，每个深度测试 5 个点，去除极值后取平均值作为该深度的硬度值。

2.8.2 拉伸性能试验

本文利用岛津 AGX 拉伸试验机测试样品的室温拉伸性能，测试标准为 ISO 6892-1: 2009。样品尺寸如图 2-7 所示，采用矩形截面样品，其标距段尺寸为 15 mm×3 mm×2 mm，应变速率为 10^{-3}s^{-1} 。在拉伸测试之前，对样品线切割面进行打磨抛光，保证标距段尺寸均匀无损伤。为确保数据的准确性，每个样品重复三次测试。拉伸强度的计算公式为：

$$\sigma = F/A \quad (2-1)$$

式 (2-1) 中， σ 表示拉伸强度，单位 MPa；F 表示对样品施加的载荷，单位 N；A 表示样品标距截面积，单位 m^2 。拉伸试验完成后，采用 SEM 的二次电子成像模式对断口表面形貌进行表征分析。

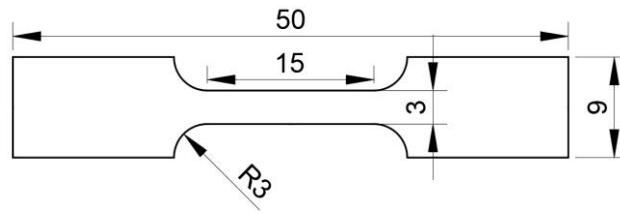


图 2-7 拉伸样品尺寸

2.8.3 磨损性能试验

利用 HT-1000 型（图 2-8 (a)）摩擦磨损试验机进行室温摩擦磨损试验。样品尺寸为 10 mm×10 mm×7 mm，测试之前将样品进行热镶嵌处理。测试载荷为 5 N。摩擦副选用 Si_3N_4 陶瓷球，其直径为 6 mm，显微硬度约为 1700 HV。摩擦半径设置为 3 mm，转速 250 Rpm，磨损时间 20 min。测试完成后对样品表面进行保护以防止污染样品。使用三维轮廓仪、扫描电镜（图 2-8 (b)）和能谱仪（EDS）对磨损表面进行表征并分析其磨损机理。

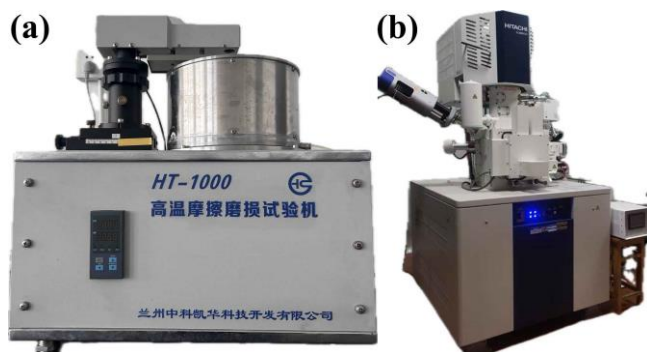


图 2-8 (a) HT-1000 型摩擦磨损试验机；(b) SU8600 场发射扫描电子显微镜

2.8.4 疲劳性能试验

采用 MTS810 液压伺服试验系统（如图 2-9 (a) 所示），使用应力比 $R=0.1$ ，频率为 30 Hz，最大应力为 500 MPa 的单轴正弦波形载荷，在室温下进行直至失效的疲劳试验，测试标准为 GB/T 3075-2008。图 2-9 (b) 显示了疲劳样品的几何形状。每个工艺样品在相同的条件下进行了三次测试，并计算了平均疲劳寿命。疲劳试验后，采用 SEM 二次电子模式对疲劳断裂表面进行分析。

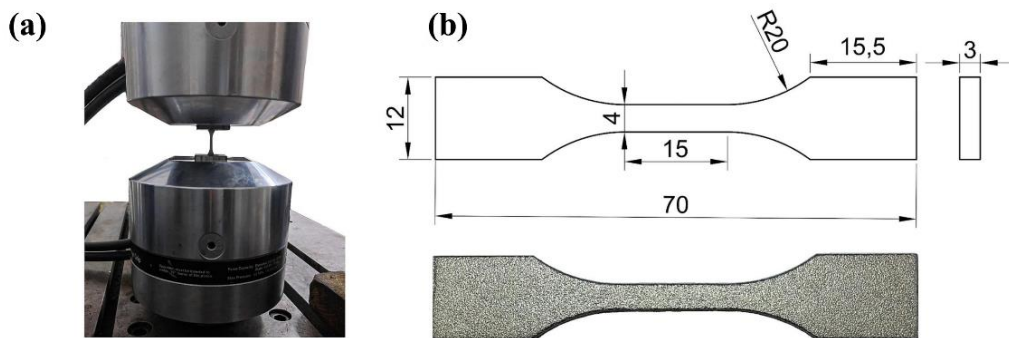


图 2-9 (a) 疲劳试验机；(b) 疲劳试验样品尺寸

第 3 章 热处理对 SLM 成形 TC4 合金微观组织和力学性能的影响

3.1 引言

SLM 成形 TC4 合金具有独特的微观组织和内应力特征，与传统铸锻合金存在本质差异，这导致其在工程应用上受到限制。为改善其性能，热处理工艺研究成为 SLM 成形钛合金领域的重要方向，其通过调控残余应力和微观组织来优化材料力学性能。本章对 SLM 成形 TC4 合金进行真空退火处理，探究退火温度对合金微观组织演变、残余应力分布及力学性能的影响机制。该研究结果对 SLM 成形 TC4 合金热处理工艺的优化设计及其力学性能提升具有重要意义。

3.2 热处理对 SLM 成形 TC4 合金微观组织影响

图 3-1 为 SLM 打印态及不同温度退火的 TC4 合金的 XRD 图谱。由图可知，打印态样品主要由密排六方结构的 α' 马氏体相（hcp-Ti）组成，而具有立方结构的 β 相（bcc-Ti）衍射峰强度较弱，表明其含量较低。退火处理后，图谱上仍以 hcp-Ti 衍射峰为主，但 β 相衍射峰强度有所增加，表明退火过程中发生了少量 α' 马氏体向 β 相的逆转变，但 β 相含量仍明显低于 α'/α 马氏体相。局部放大图显示，随着退火温度升高，hcp-Ti 衍射峰逐渐向低角度偏移，表明了 α' 马氏体相向平衡 α 相的转变过程，这一现象归因于 SLM 快速冷却过程中初生 β 相未能充分转变为 α 相，形成了亚稳态的过饱和固溶体 α' 相，而后续热处理可促使亚稳态马氏体分解成平衡态的 α 相^[37, 42]。

通过点阵常数计算，表 3-1 列出了不同状态样品中 hcp-Ti 的晶格参数。打印态中 hcp-Ti 的 a 和 c 分别为 0.2927 nm 和 0.4671 nm，这与 α' 相的晶格参数特征接近^[102]。随着退火温度升高，hcp-Ti 的晶格常数逐渐增大。这是由于在 α' 向 α 马氏转变过程中， α' 相中的 V 元素逐渐析出，导致新形成的 α 相中 Al 元素浓度增加。由于 Al 原子半径大于 V，因此新形成的 α 相的晶面间距增大^[103]。

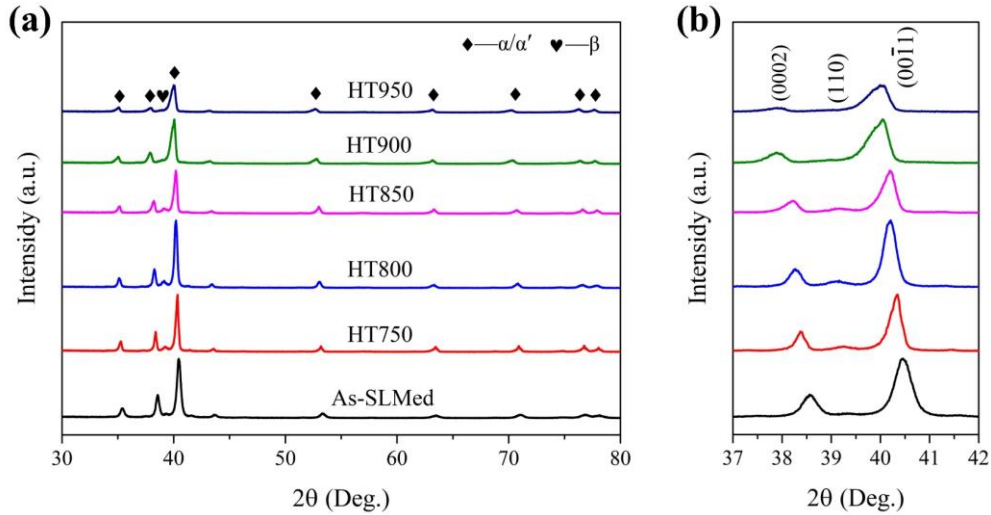


图 3-1 (a) 打印态和退火样品的 XRD 图谱；(b) 部分衍射范围的 XRD 图谱。

表 3-1 不同条件下 hcp-Ti 在 TC4 合金中的晶格参数

样品	晶格参数	
	a/nm	c/nm
As-SLMed	0.2927	0.4671
HT750	0.2934	0.4676
HT800	0.2945	0.4684
HT850	0.2942	0.4690
HT900	0.2951	0.4717
HT950	0.2948	0.4731

图 3-2 展示了不同退火温度下 SLM 成形 TC4 合金的金相组织特征。如图 3-2 (a) 所示，打印态样品表现出良好的冶金结合，未观察到孔洞、未熔合及裂纹等缺陷，其显微组织为大量细针状 α' 马氏体交错分布在初生 β 相晶粒内部。由于垂直于基板方向上温度梯度较大，可以明显观察到初生 β 晶粒沿打印方向生长成柱状晶。经过 750、800 和 850 $^{\circ}\text{C}$ 真空退火 2 h 后，样品内仍然可以观察到明显的柱状晶组织，柱状晶内部是针状 ($\alpha+\alpha'$) 马氏体和少量 β 相的混合组织。与打印态样品相比， α/α' 相晶粒宽度略有增加，但变化不明显，且由于 β 相含量较低，在金相图中很难辨别。退火温度达到 900 $^{\circ}\text{C}$ 时，原子充分扩散，样品内部柱状晶消失， α 相宽度明显增大，在样品内部形成了由粗化的 α 板条交叉构成的网篮组织。经 950 $^{\circ}\text{C}$ 退火后， α 板条宽度进一步增大，组织仍呈现典型的网篮形貌。此外，由于晶粒长大，部分网篮组织被破坏，形成了具有相同取向的 α 板条束集。

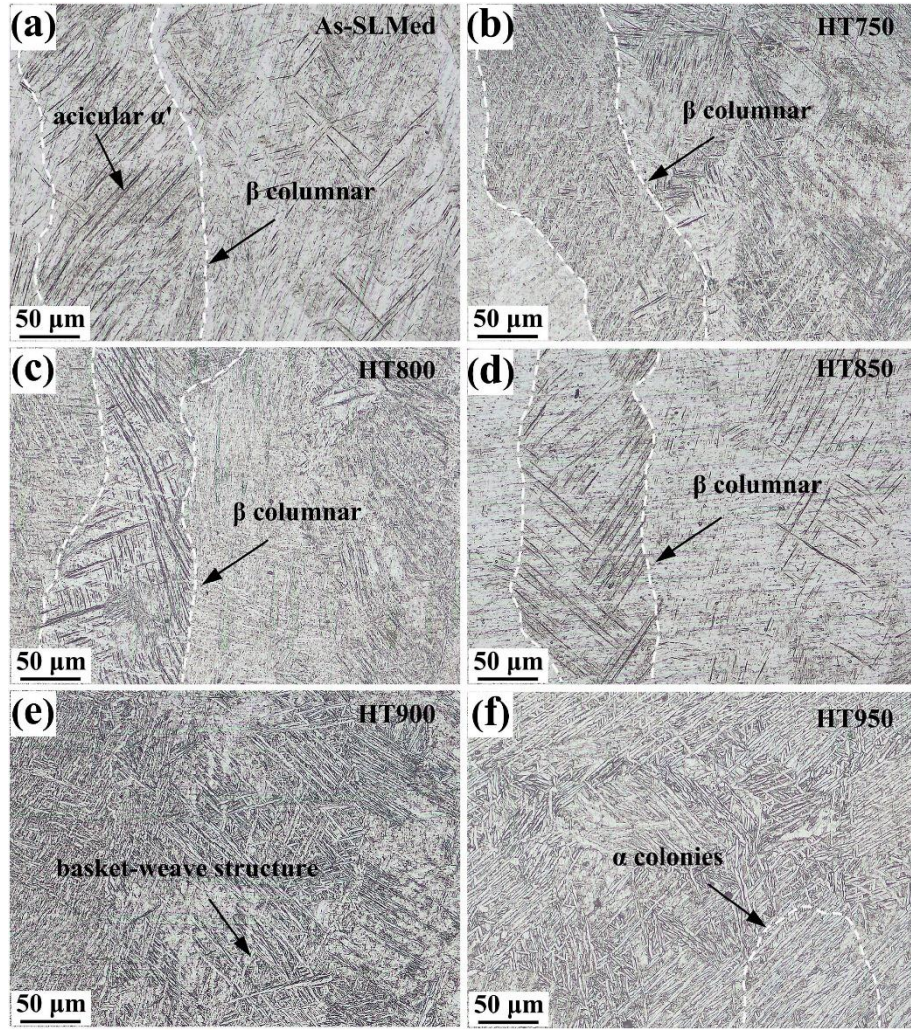


图 3-2 打印态和退火 TC4 合金的金相组织: (a) As-SLMed; (b) HT750; (c) HT800; (d) HT850; (e) HT900 和 (f) HT950

采用 EBSD 对 TC4 合金的微观组织做了进一步分析。图 3-3 为 As-SLMed、HT750、HT850 和 HT950 样品的 EBSD 相图。相图上红色区域表示 α/α' 相, 蓝色区域表示 β 相, 黑线表示晶界。在图中可以观察到 As-SLMed 样品以 α' 相为主, 初生 β 相含量仅约为 1.4%。经过 750 和 850 °C 退火 2 h 后, 沿着 α' 晶界形成了大量细小的 α 相, 导致晶界密度明显增加。然而, β 相含量几乎保持不变。当退火温度增至 950 °C 时, α 相和 β 相晶粒显著增长, 微观组织主要表现为网篮状组织和 α 束集, 且 β 相含量增加至 2.77%。以上观察结果与金相分析结果一致。此外, 如图 3-3 (d) 中箭头所示, HT950 样品中一些粗大的 α 板条发生了球化。文献报道指出, α 板条的球化受到各种因素的影响, 如马氏体板条内的固有位错亚结构、马氏体板条的圆柱化和边缘球化以及 α 相的外延生长等^[104]。

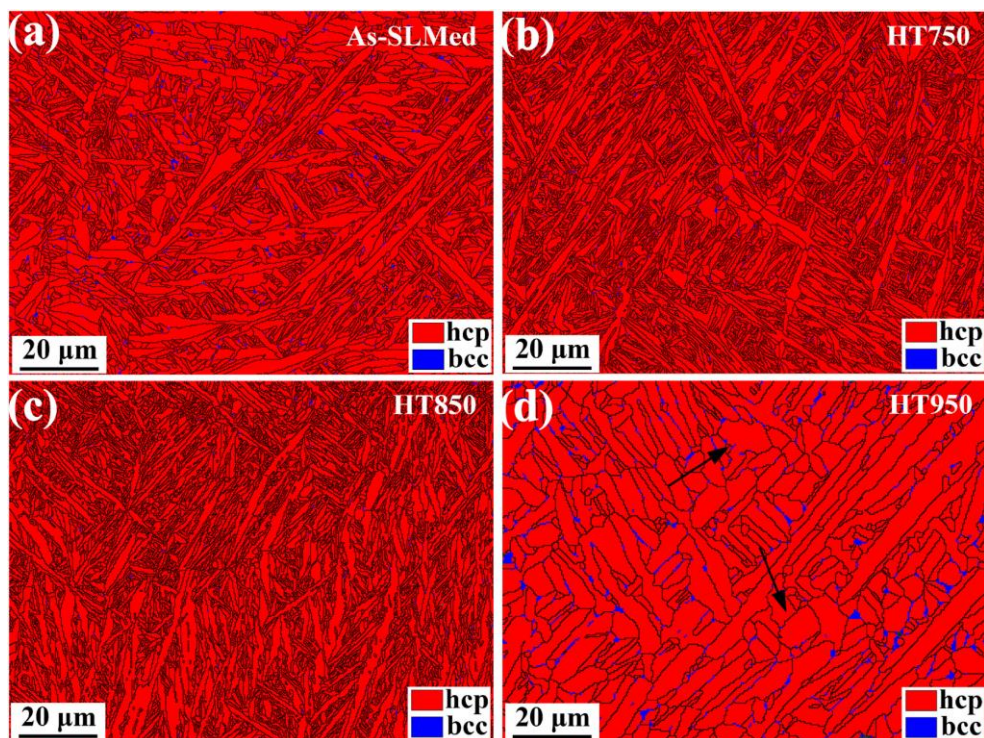


图 3-3 As-SLMed、HT750、HT850 和 HT950 样品的相组成

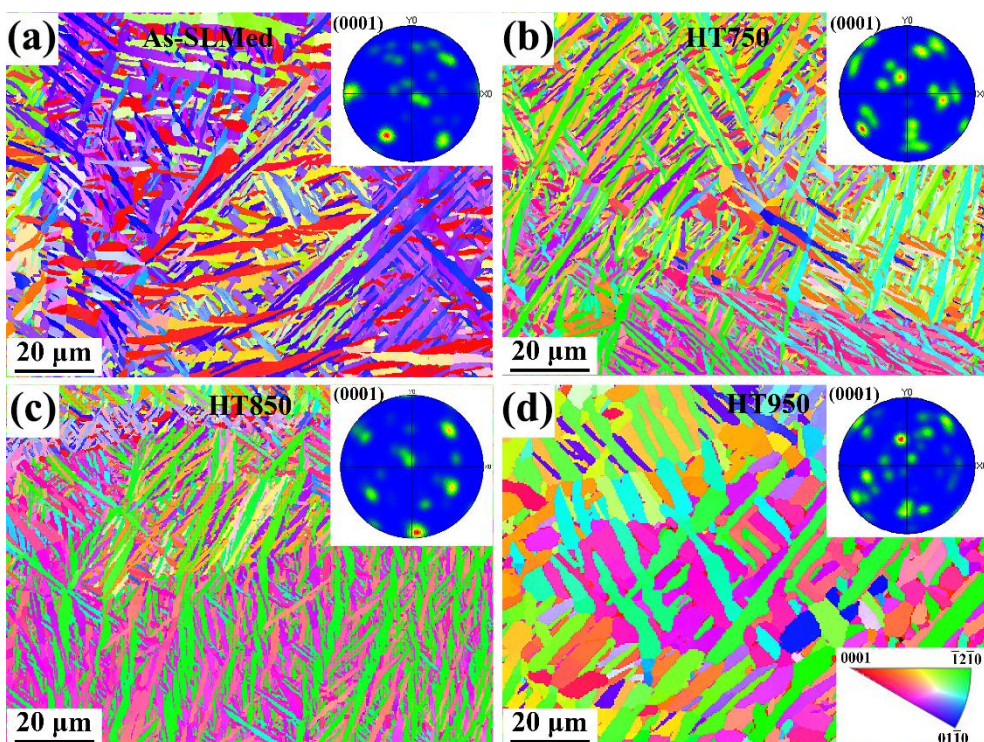


图 3-4 As-SLMed、HT750、HT850 和 HT950 样品的反极图 (IPF) 和极图 (PF)

图 3-4 展示了 As-SLMed 及 750、850、950 °C 退火样品的反极图 (Inverse pole figure, IPF) 和极图 (Pole figure, PF)。由图可知, 在 As-SLMed 样品中, 针状 α' 相交错分布, 晶粒取向相对随机。EBSD 极图显示所有样品在 (0001) α 平

面上呈现出较弱的择优取向。然而，在先 β 柱状晶中，晶粒之间往往呈现出相似的取向或固定的取向关系。换言之，合金内部存在微织构区域。此外，由于 β 相含量较低，因此很难分辨其与 α/α' 相之间的取向关系。

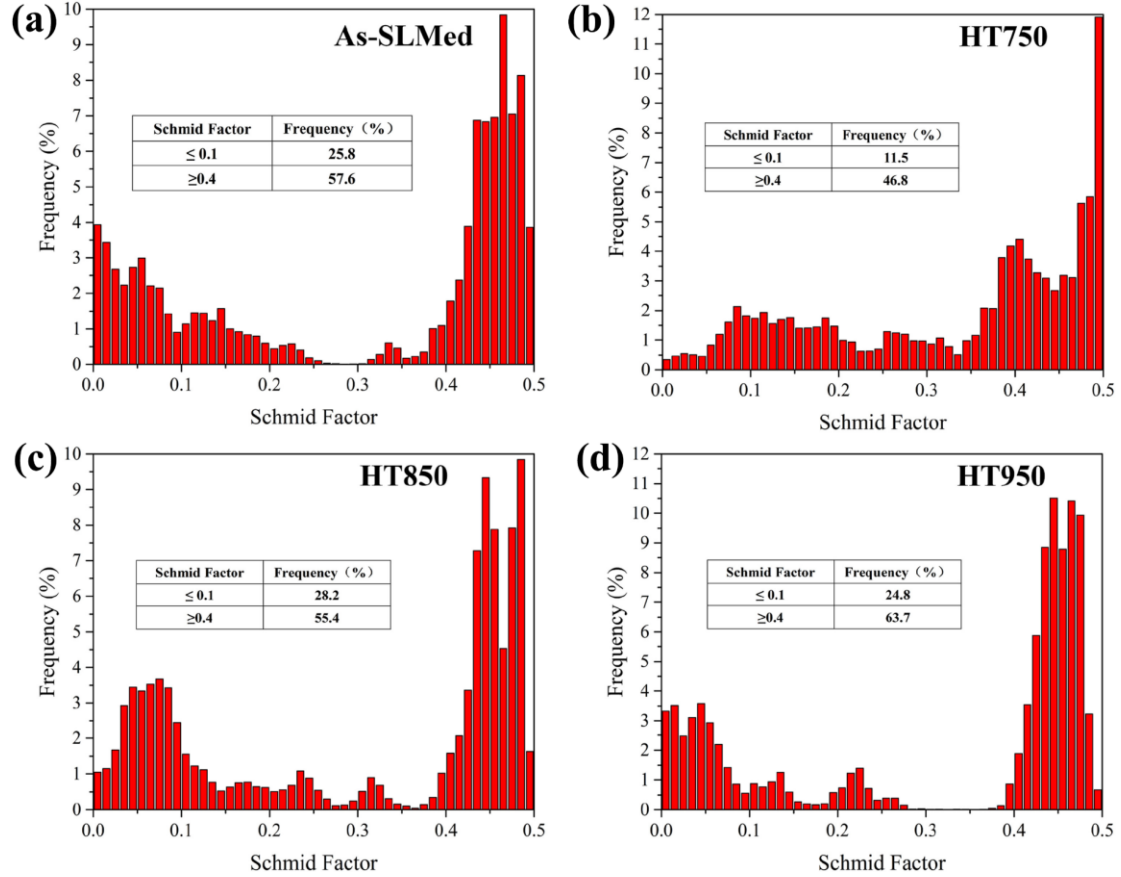


图 3-5 As-SLMed 和退火处理态 TC4 合金沿打印方向加载时 $(0001)[11\bar{2}0]$ 施密特因子分布

基于 EBSD 结果，分析了样品的施密特因子分布。根据金属塑性变形的施密特定律，具有较高施密特因子的滑移系统优先被激活^[105]。图 3-5 为 SLM 打印态和退火处理的 TC4 合金沿打印方向加载时 $(0001)[11\bar{2}0]$ 滑移系施密特因子的分布情况。结果表明，As-SLMed 样品中施密特因子小于 0.1（硬取向）的晶粒占比为 25.8%，而施密特因子大于 0.4（软取向）的晶粒占比达 57.6%。而 750 °C 退火后，位于硬取向的晶粒比例仅为 11.5%，将近 50% 的晶粒处于软取向。同时，有相当数量的晶粒位于中间取向 ($1 < \text{施密特因子} < 4$)。当退火温度升高至 850 °C 和 950 °C 时，多数晶粒集中于低施密特因子和高施密特因子区域。统计结果表明 As-SLMed、HT850 和 HT950 样品中，处于硬取向和软取向晶粒的总占比超过 80%，而中间取向晶粒 ($1 < \text{施密特因子} < 4$) 数量较少。这种取向分布特征表明

在塑性变形过程中，应变从软取向晶粒向硬取向晶粒的传递较为困难，导致样品内部易形成应力集中，从而会过早引发断裂。

图 3-6 和图 3-7 展示了 XZ 平面上的 TEM 观察结果，以描述热处理后的微观结构变化。图 3-6 (a, b) 显示了 As-SLMed 合金的明场 TEM 图像和相应的选区电子衍射图 (Selective area electron diffraction, SAED)，从图中可以看出，合金的微观结构主要由细小的 α' 马氏体组成，并含有高密度位错缠结。这些位错的存在有助于提高合金的强度。此外，Yang 等^[102]报道称，这些位错还能促进次生马氏体的成核和生长。图 3-6 (c, d) 显示了样品在 750 °C 退火 2 h 后观察到的结构。从图中可以看出， α' 马氏体薄片的宽度明显增加，但从选区电子衍射图像来看，合金仍保留了高密度位错的细粒结构。

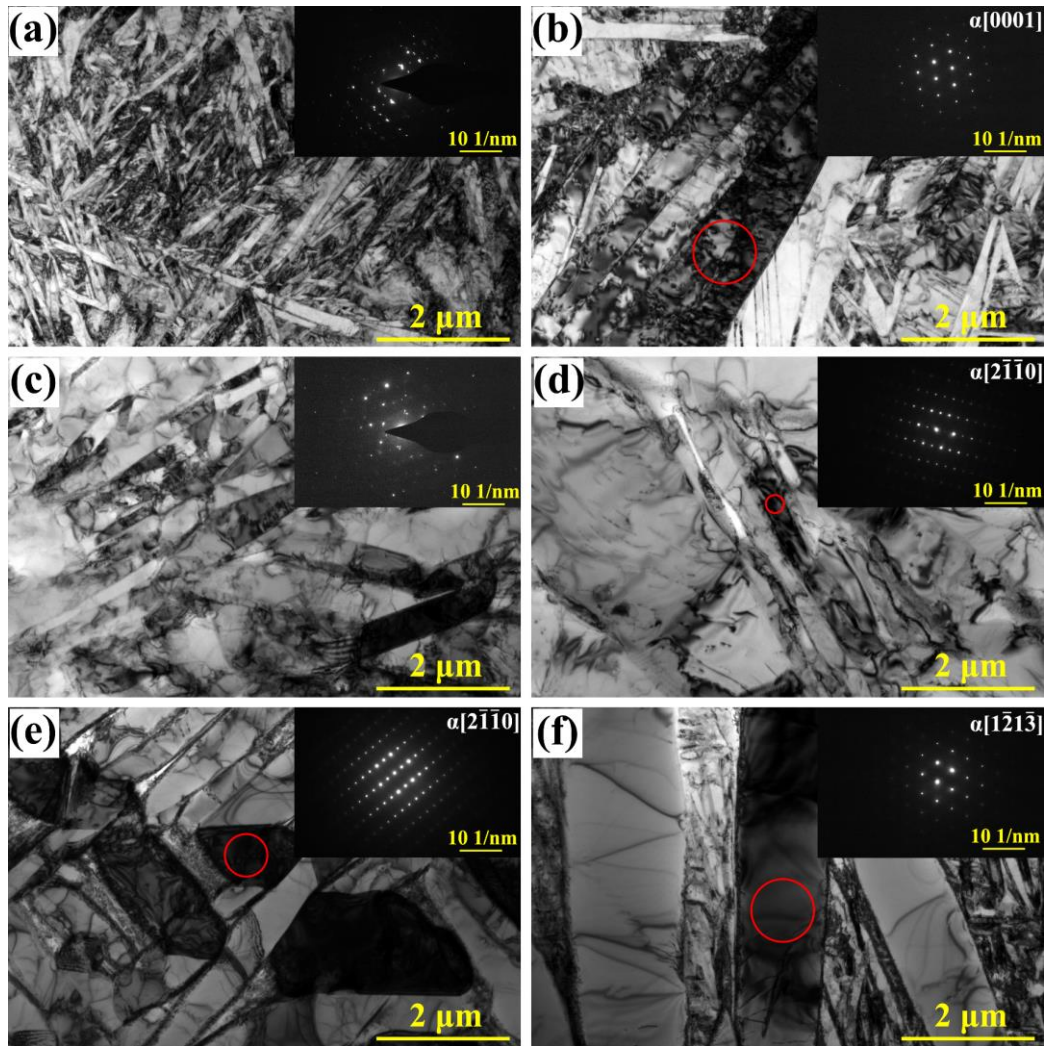


图 3-6 (a, b) As-SLMed、(c, d) HT750、(e) HT850 和 (f) HT950 样品的 TEM 明场像和相应的选区电子衍射图

如图 3-7 (a) 所示所示, HT750 样品中的位错大多平行于晶界排列, 表明这些位错具有移动性, 可以有效地容纳塑性应变。在 850 °C 退火后, 原来的针状 α' 马氏体已完全分解为 α 板 (图 3-6e)。在 HT950 样品中 (图 3-6f), 可以观察到几组平行的 α 板, 在它们之间发现了宽度为几百纳米的薄 α 层, 这与图 3-2 (f) 所示的菌落结构相对应。此外, 如图 3-7 (b) 所示, HT850 样品中在 α 马氏体的三角形晶界处形成了非常细的 β 相区域, 其中包含大量缠结的位错, 同时在 α 马氏体内部也观察到平行排列的位错。相比之下, HT950 样品中粗大的 α 马氏体几乎没有位错, 位错主要聚集在晶界处 (图 3-7c)。

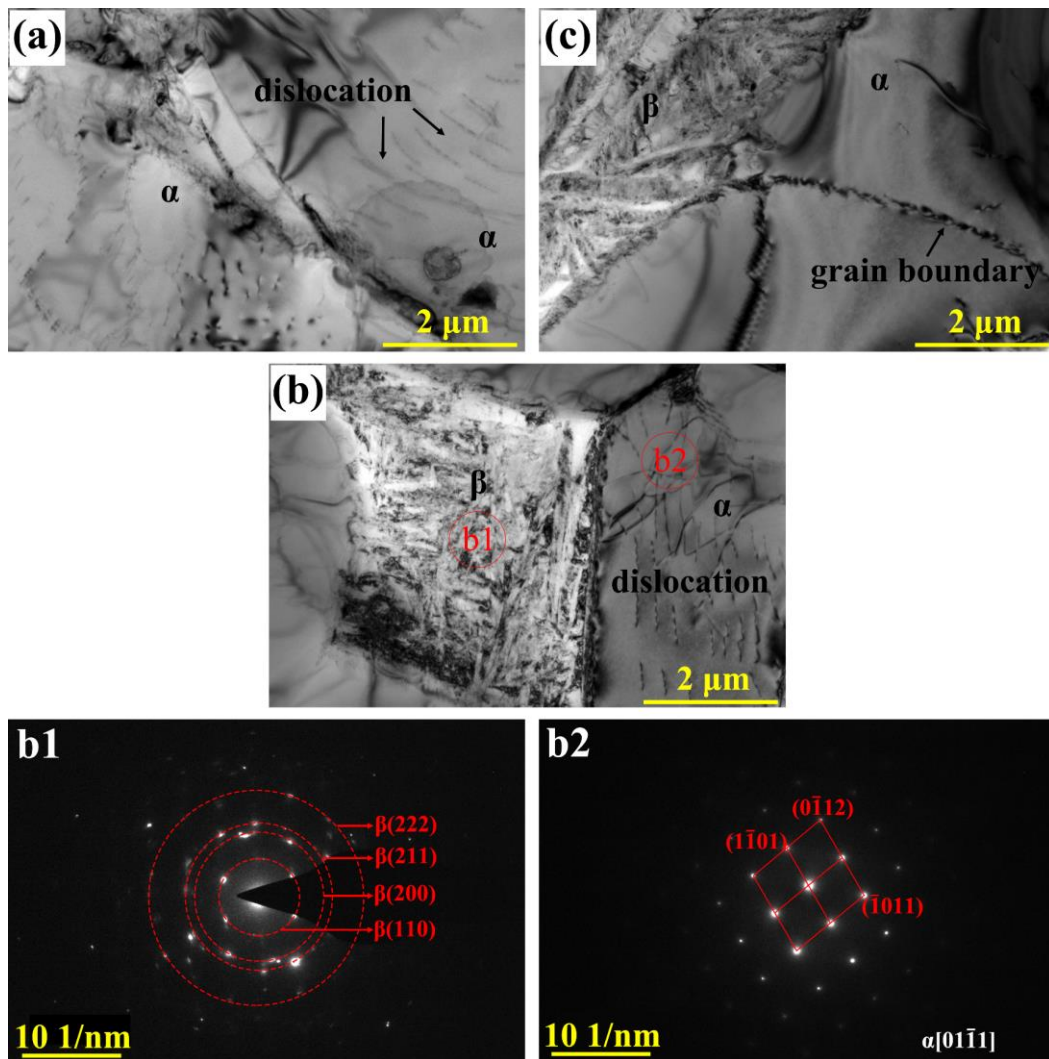


图 3-7 (a) HT750、(b) HT850 和 (c) HT950 样品位错结构的 TEM 图像

3.3 热处理对 SLM 成形 TC4 合金残余应力的影响

图 3-8 是退火前后 SLM 成形 TC4 合金表面的残余应力值, 测试方向与合金

打印方向一致。SLM 成形是一个快速熔化和凝固过程，其温度梯度高达 $1.5 \times 10^7 \sim 4 \times 10^7 \text{ K/m}$ ，冷却速率高达 $1.4 \times 10^6 \text{ K/s}$ ，激光扫描过程中反复加热，因此在成形件中会产生很大的残余应力^[106]。如图 3-8 所示，As-SLMed 样品表现出很高的热拉伸应力，平均值为 418 MPa。在 750、800 和 850 °C 退火后再空冷，虽然样品表面仍有少量残余拉伸应力，但其值小于 50 MPa。这表明制造残余应力已被有效消除。残余应力的热松弛与位错运动有关。在高温下，位错更容易发生迁移，将残余弹性变形转化为塑性变形，从而导致残余应力松弛^[107]。在 900 和 950 °C 退火后，合金的压应力分别为 -71 MPa 和 -189 MPa。这可能是由于降温过程中冷却速度较快，导致样品表面和内部温度不均，产生了热应力，从而使冷却后的样品表面形成压应力。残余压应力对于提高材料疲劳性能和抗应力腐蚀性能具有积极意义^[108, 109]。

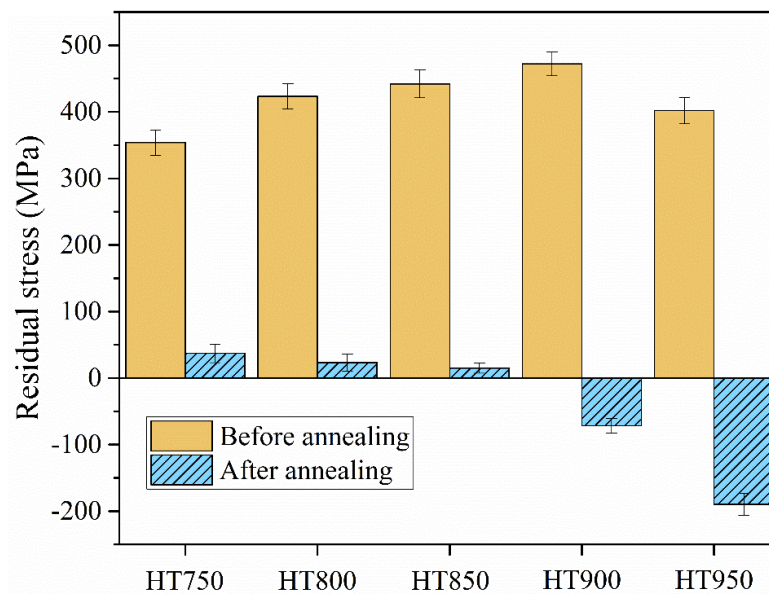


图 3-8 As-SLMed 和不同温度退火样品表面打印方向残余应力

3.4 热处理对 SLM 成形 TC4 合金力学性能的影响

3.4.1 显微硬度

图 3-9 为打印态和不同热处理后 TC4 合金的显微硬度图。如图所示，As-SLMed 样品的平均显微硬度为 378 HV_{0.2}，这是由于其微观组织主要由高硬度的 α' 马氏体相组成。随着退火温度的升高，样品的显微硬度逐渐降低，这归因于 α' 相逐渐分解为 α 相，且 α' 相为过饱和固溶体，其硬度高于 α 相^[110]。退火温度为

850 °C 时,样品的硬度为 341 HV_{0.2},约为 As-SLMed 的 90%。当温度超过 850 °C, α 相晶粒逐渐粗化,晶界数量随之减少,形变的阻力也随之降低,导致样品的硬度进一步降低。此外,退火温度较高时, β 相少量增加,由于 β 相硬度低于 α/α' 马氏体,也会导致硬度降低。经过 950 °C 退火处理后,样品的硬度将至 325 HV_{0.2},约为 As-SLMed 样品的 85%。

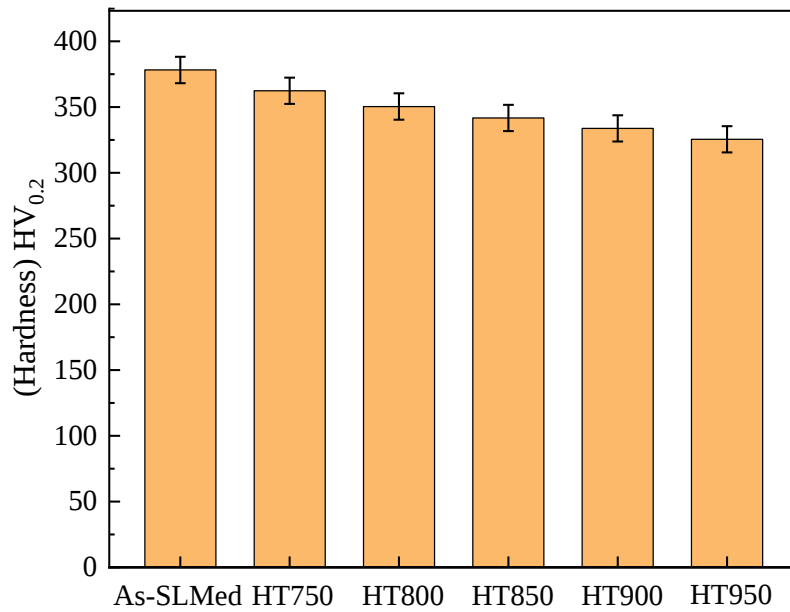


图 3-9 TC4 合金在不同加工条件下的显微硬度

3.4.2 拉伸性能

图 3-10 展示了 As-SLMed 样品及不同温度退火后 TC4 合金的工程应力-应变曲线。表 3-2 总结了每个样品的平均拉伸性能。退火温度对拉伸性能有显著影响。可以看出, As-SLMed 合金具有较高的强度,但延展性相对较低。其屈服强度和极限抗拉强度分别达到 1190 和 1271 MPa,超过了传统锻造的 TC4 合金。然而,其延伸率仅为 2.2%,远低于锻造的同类产品。在 750 °C 下退火 2 h 后,样品的屈服强度降至 1040 MPa,而其延展性则显著提高,总延伸率超过 8%,接近锻造 TC4 合金的延展性。值得注意的是,随着退火温度的升高,样品的强度和延展性同时降低。这种反常现象在文献中鲜有报道。特别是当退火温度超过 850 °C 时,合金的拉伸性能急剧下降。HT900 样品的屈服强度和延伸率分别低于 900 MPa 和 2%,均低于 As-SLMed 样品。特别是 950 °C 退火样品,其拉伸曲线表现出明显的脆性断裂特征。

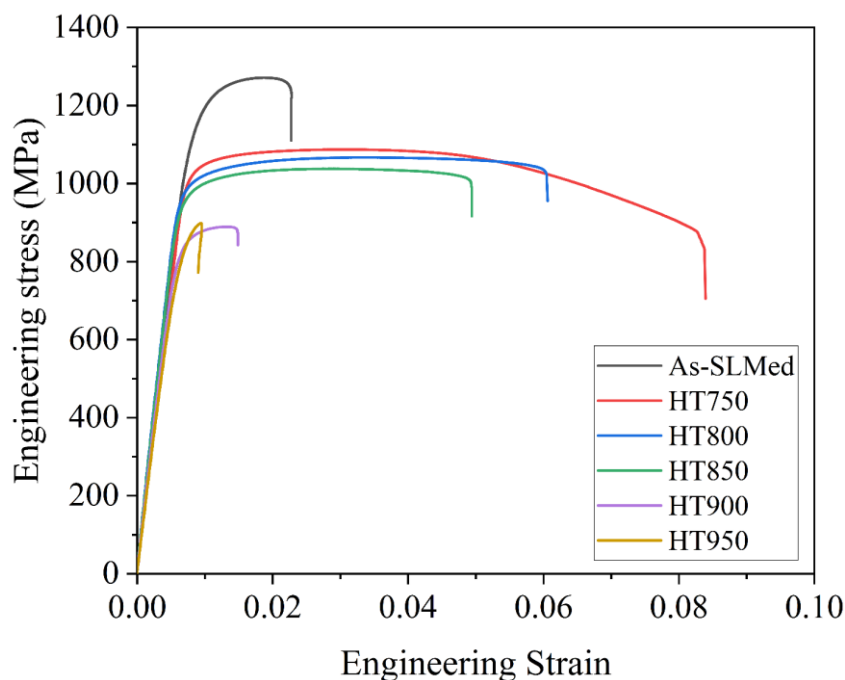


图 3-10 不同退火工艺下 SLM 制备 TC4 合金的应力-应变曲线

表 3-2 不同退火温度下 SLM 成形 TC4 合金的拉伸性能

样品	YS/MPa	UTS/MPa	EL/%
As-SLMed	1190 $\pm$ 5	1271 $\pm$ 10	2.2 $\pm$ 0.02
HT750	1040 $\pm$ 6	1087 $\pm$ 10	8.3 $\pm$ 0.03
HT800	1016 $\pm$ 8	1066 $\pm$ 11	6 $\pm$ 0.02
HT850	996 $\pm$ 8	1037 $\pm$ 8	4.9 $\pm$ 0.03
HT900	872 $\pm$ 5	888 $\pm$ 4	1.4 $\pm$ 0.02
HT950	890 $\pm$ 7	898 $\pm$ 6	0.9 $\pm$ 0.01

根据上述结果，材料强度/硬度随退火温度升高而降低的原因可能是 α' 向 α 的转变、晶粒长大以及高温下 α 向 β 的转变。然而在强度降低的同时，塑性也降低，可能与 α -Ti 的低对称性 hcp 晶体结构以及退火过程中 (0001) $[11\bar{2}0]$ 滑移系施密德因子的特殊变化有关。在 SLM 成形的 TC4 合金中，由于 α'/α 相含量较高且滑移系数量有限，材料通常会表现出明显的塑性各向异性。尤其当 c 轴受到拉伸时，紧密堆积的平面 ($\{0001\}$ 平面) 往往会转变为“准解理面”平面，从而过早地形成断裂起始点^[11]。此外，如图 3-5 所示，低延展性样品的分析表明，取向朝向硬取向（施密特因子 < 0.1 ）的晶粒比例超过了约 25%，而施密特因子大于 0.4 的晶粒占总数的 55% 以上。由于缺乏中间取向的晶粒来适应变形，这导致塑性应

变传递较为困难，进而在拉伸变形过程中形成应力集中，降低材料的延展性。此外，从 TEM 结果来看，退火样品延展性的降低也可能与 α 马氏体内部可动位错的减少有关。如图 3-7 所示，在 HT750 和 HT850 样品的 α 马氏体内部可以观察到一定数量的可动位错，这可以协调不均匀的塑性变形。然而，在 HT950 样品中，原始位错大部分已在晶粒生长过程中被吸收。因此，当晶粒取向不利于变形时，由于缺乏足够的独立滑移系统，内应力很难通过位错滑移释放。虽然在 β 相中存在大量的位错缠结，但其中许多位错是不运动的，而且由于其含量较低，因此在控制变形方面的作用微乎其微。在退火过程中，晶界会发生迁移。当 α 马氏体晶界的迁移受到 β 相的阻碍时，位错被释放并引入 β 相，以缓解晶界附近的应力。因此，根据本研究推测， β 相可能与晶界一样充当位错汇，在退火过程中吸收大量位错。

图 3-11 展示了拉伸断口的形貌特征。As-SLMed 样品的断裂面主要由解理台阶组成，解理面上可观察到大而浅韧窝。Simonelli 等^[112]指出，As-SLMed 样品的断裂与初生 β 柱状晶内部具有相同取向的针状 α' 的断裂有关，同时裂纹沿柱状 β 晶界面扩展引起解理台阶的出现。经过 750 °C 退火处理后，样品拉伸断口中的解理台阶基本消失，断口主要由细小的韧窝构成，随着温度升高，韧窝的尺寸增加且深度变浅。800 和 850 °C 退火样品的断口表面变得更平坦，解理面逐渐增加，表明合金的延性恶化。尽管如此，放大图显示它们的断口仍主要由韧窝组成。经 950 °C 热处理后，样品断口表面出现大量不规则且不连续的断裂面，放大图显示其表面存在撕裂痕，但不存在塑性变形的痕迹，这和材料延性急剧恶化相对应。当温度升高至 950 °C 时，光滑断裂面的尺寸显著增大，根据微观结构分析，可能与样品内部生成的 α 束集有关。由于 α 相为密排六方结构，滑移系数量有限，其塑性变形能力较差。特别是当粗大的 α 板条位于硬取向时，在拉伸过程中其周围容易产生较大应力集中，促进裂纹萌生并沿 α 束集边界扩展，而在 α 束集区域几乎观察不到变形痕迹，导致材料塑性变差^[113]。

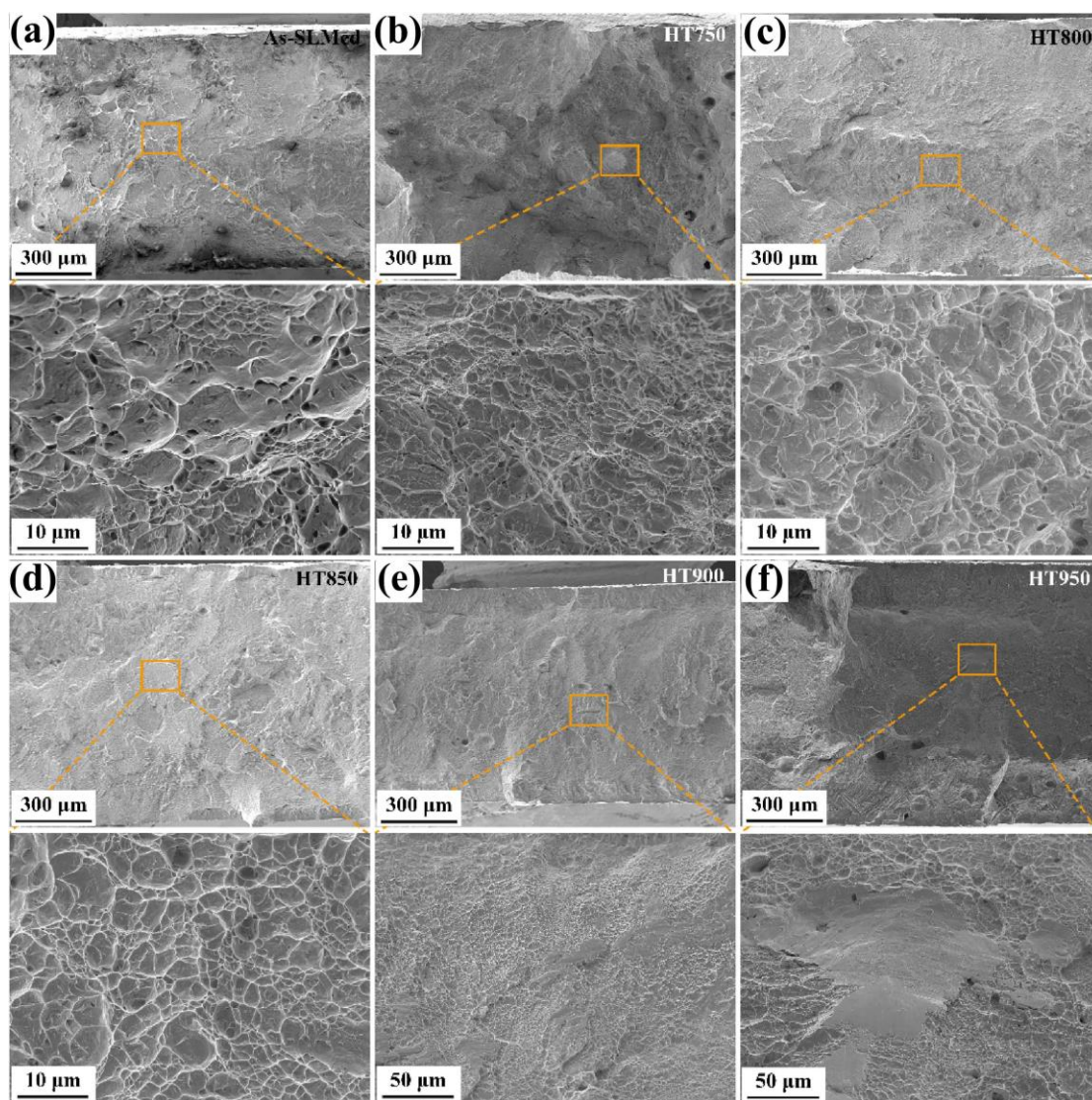


图 3-11 不同状态 SLM 成形 TC4 合金拉伸断口形貌

3.5 本章小结

本章研究了 SLM 成形 TC4 合金在 750 至 950 °C 温度范围内（间隔 50 °C）进行真空退火后，其微观结构、残余应力及力学性能的变化规律，得出以下结论：

（1）SLM 成形 TC4 合金的微观组织主要由 α' 针状马氏体和少量 β 相组成。退火处理后， α' 相逐渐转变为 α 相，而 β 相含量变化较小。随着退火温度升高，针状结构逐渐演变为具有粗大 α 束集的网篮结构。

（2）SLM 成形 TC4 合金内部存在显著的热应力，退火前沿成型方向的平均残余拉应力为 418 MPa。退火后空冷可有效消除表面拉应力。

（3）As-SLMed TC4 合金具有高强度和低延展性，其屈服强度为 1190 MPa，

延伸率仅为 2.2%。经 750 °C 下退火 2 h 后，屈服强度降至 1040 MPa，而延伸率提升至 8%以上，接近锻造 TC4 合金的水平。

（4）随着退火温度升高，TC4 合金的强度和塑性均呈现下降趋势。强度降低的主要原因是 α' 相向 α 相的转变以及晶粒粗化；而延展性下降则可能与 (0001) $[11\bar{2}0]$ 滑移系施密特因子的异常变化以及合金内部可动位错的减少有关。

第 4 章 喷丸处理对 SLM 成形 TC4 合金表面特性的影响

4.1 引言

在 SLM 成形过程中，材料的结构特征如孔隙、未熔合区、残余应力及表面粗糙度等会影响其最终性能。喷丸处理通过高速弹丸撞击表面，将动能转化为材料内能，诱导表层塑性变形并引入残余应力，从而形成残余压应力场和加工硬化层。对于 SLM 成形的 TC4 合金，合理的喷丸处理可以改善应力分布情况，提升抗应力腐蚀能力并延长高周疲劳寿命。然而，提高喷丸强度虽可增加残余压应力，但使用硬弹丸处理软合金时，可能会加剧表面凸凹区域的不均匀性，这种不均匀性既可降低表面质量较差样品的粗糙度，也可增加原本光洁度良好样品的粗糙度。微观几何形状的剧烈波动将会导致局部应力集中甚至产生不可恢复的缺陷，从而削弱强化效果并诱发过早的疲劳损伤。相比之下，多次喷丸的协同效应可以更好地抑制疲劳裂纹的萌生和扩展，提高材料表面的残余压应力，同时有效降低表面粗糙度并改善表面质量，其强化效果显著优于传统喷丸。

本章采用传统喷丸和复合喷丸两种工艺对 SLM 成形的 TC4 合金进行喷丸处理。传统喷丸使用铸钢丸进行单次处理，旨在材料表层引入高残余压应力，复合喷丸则在传统喷丸基础上叠加陶瓷丸、玻璃丸进行二次及三次处理，以降低表面粗糙度并减少应力集中现象。喷丸前对样品进行去应力退火，消除 SLM 成形过程中积累的热应力。基于上述工艺，本研究通过 X 射线衍射、接触角测试及微观组织分析，研究了喷丸处理参数对 SLM 成形 TC4 合金表面残余应力、润湿性及微观结构的影响，为优化 SLM 成形 TC4 合金的表面强化工艺提供了理论支撑。

4.2 TC4 合金喷丸表面特征

4.2.1 表面形貌分析

图 4-1 为 TC4 合金的三维表面形貌，其中包含 AS 样品进行比较。图 4-1(a) 为 AS 样品的表面形貌，其中激光扫描痕迹清晰可见，同时呈现出毛刺等不平整现象，打印痕迹底部与凸起位置的最大高度差为 $88.033\ \mu\text{m}$ 。如图 4-1(b) 所示，

AS+M 样品表面具有均匀分布的机械摩擦痕迹,机械研磨后样品表面较为平整,磨痕底部与顶部位置的最大高度差仅为 $8.012\ \mu\text{m}$ 。如图 4-1 (c~f) 所示,机械研磨后利用直径为 $6\ \text{mm}$ 的铸钢丸进行不同强度的单次喷丸处理后,合金表面的机械研磨痕迹被高速铸钢丸的冲击完全消除,取而代之的是大量的撞击坑,峰谷分布较为规则,且随着喷丸强度的增加,弹坑的数量变少,但弹坑的直径变大,且峰高由喷丸强度 $0.21\ \text{mmA}$ 的 $11.448\ \mu\text{m}$ 增加至喷丸强度 $0.51\ \text{mmA}$ 的 $32.954\ \mu\text{m}$,这说明表面粗糙度增加。如图 4-1 (g) 所示,在 SP0.51 基础上采用陶瓷丸进行二次喷丸后峰高变低,相较于单次喷丸表面变得较为光滑。用更小尺寸和强度的玻璃丸进一步喷丸会导致表面更光滑,如图 4-1 (h) 所示,小而浅的弹坑不规则的分布在表面,此时的峰高最低,SP0.51+0.17+0.1 样品的峰高为 $24.987\ \mu\text{m}$ 。

图 4-2 为喷丸处理后 TC4 合金表面的 SEM 形貌。由图 4-2 (a~d) 可知,在高速弹丸的冲击下,表面产生明显的塑性变形。此外,弹丸撞击还容易造成表面缺陷,如喷丸折叠、材料碎片、弹丸残留和微裂纹等,其中弹坑周围的喷丸折叠最为明显。喷丸折叠通常是由于喷丸撞击在材料表面所产生的尖角,被后续弹丸撞击时压入金属本身而形成。随喷丸强度增加,折叠现象愈发严重,但并未造成微裂纹以及金属碎屑等表面损伤。采用复合喷丸工艺可以提高喷丸表面质量。图 4-2 (e) 为采用较小尺寸和强度的陶瓷丸进行二次喷丸后的 SEM 形貌,表面光洁度提高,缺陷减少,并出现大量白色痕迹。根据图 4-3 的 EDS 分析,二次喷丸表面氧元素和铝元素含量较高,表明陶瓷丸在高速撞击时破碎并嵌入 TC4 基体,导致表面残留。图 4-2 (f) 为采用玻璃丸进行三次喷丸后的 SEM 形貌,显示弹丸残留和喷丸折叠等缺陷大幅减少,表面质量进一步得到改善。

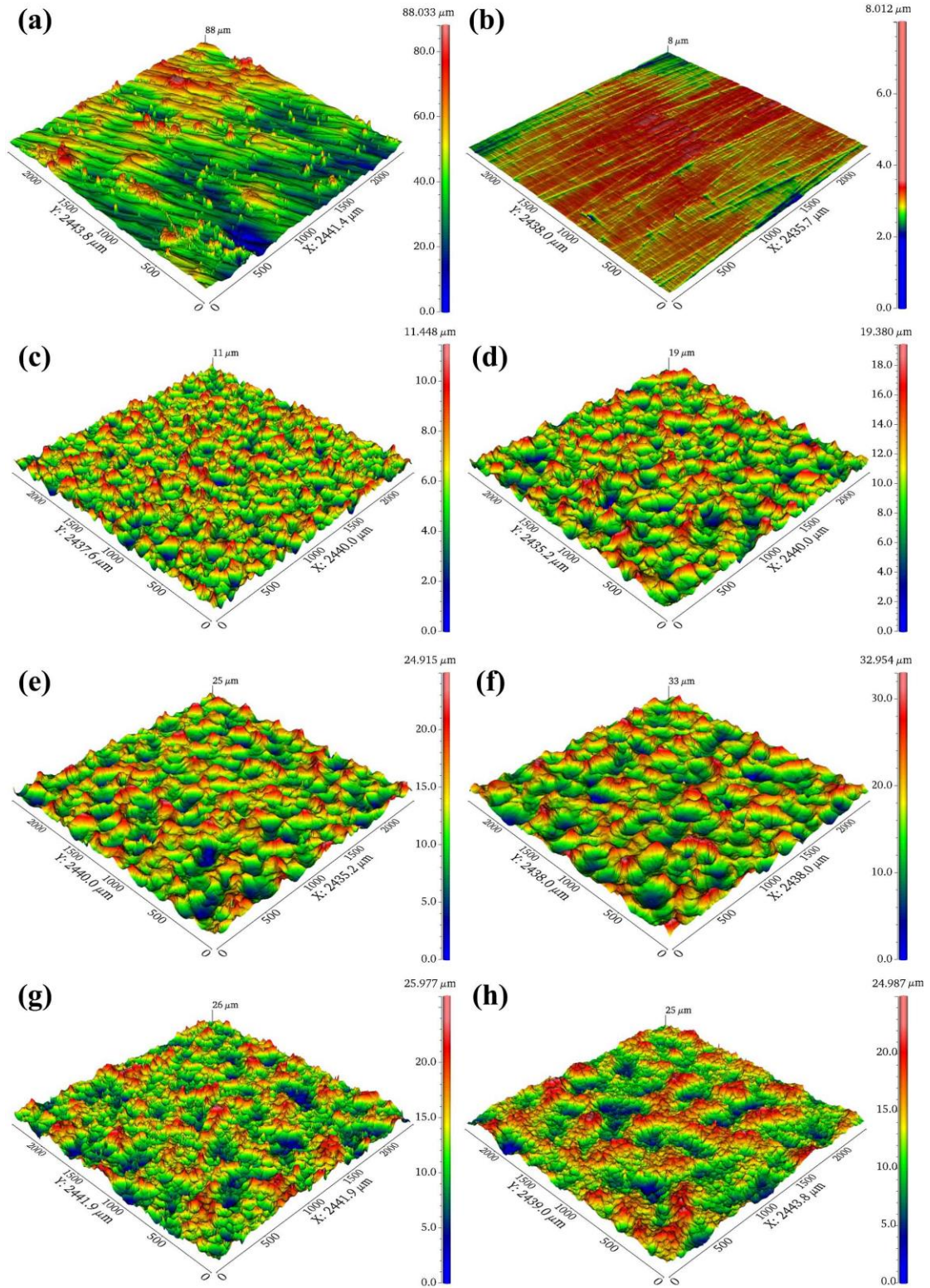


图 4-1 TC4 合金喷丸前后表面形貌: (a) AS; (b) AS+M; (c) SP0.21; (d) SP0.31; (e) SP0.41; (f) SP0.51; (g) SP0.51+0.17; (h) SP0.51+0.17+0.1

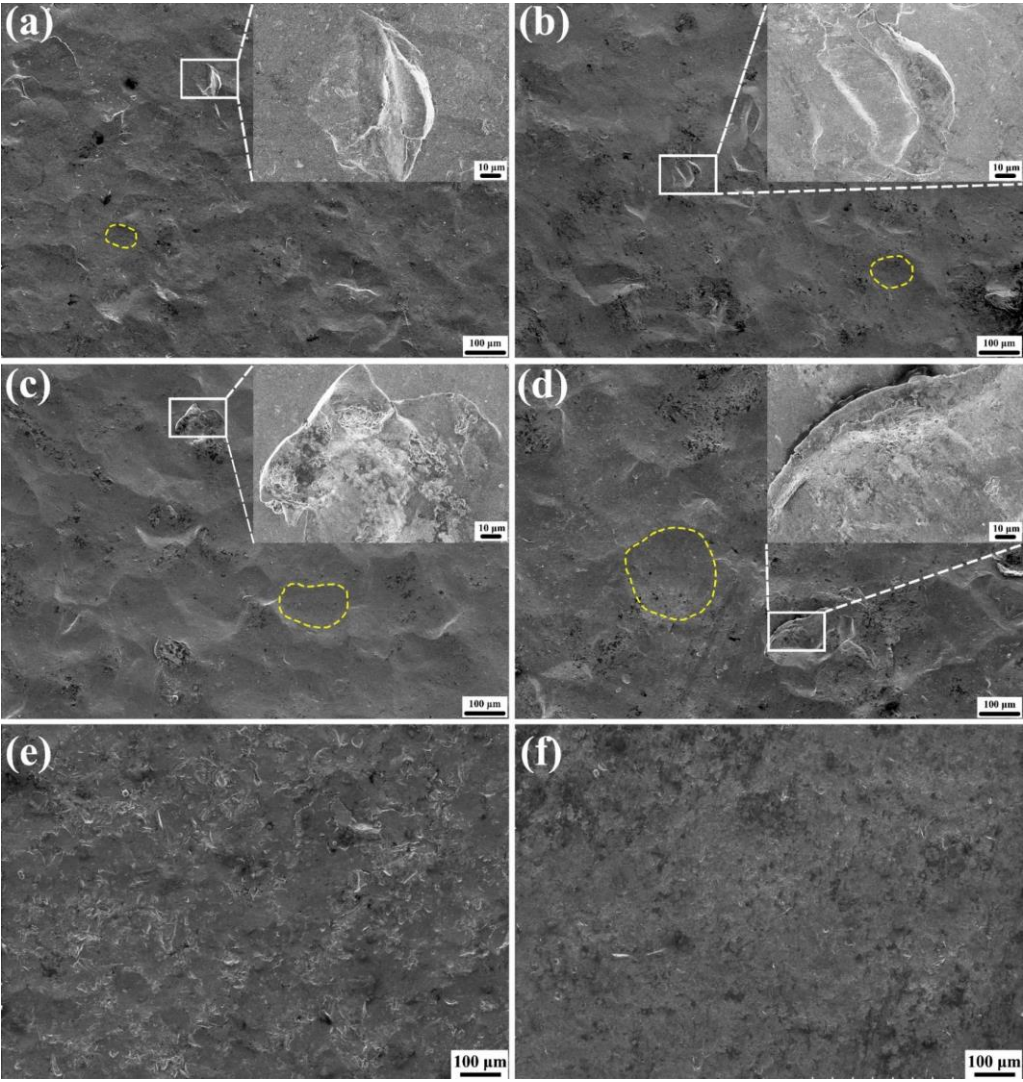


图 4-2 喷丸处理 TC4 合金表面 SEM 形貌图：(a) SP0.21；(b) SP0.31；(c) SP0.41；(d) SP0.51；(e) SP0.51+0.17；(f) SP0.51+0.17+0.1

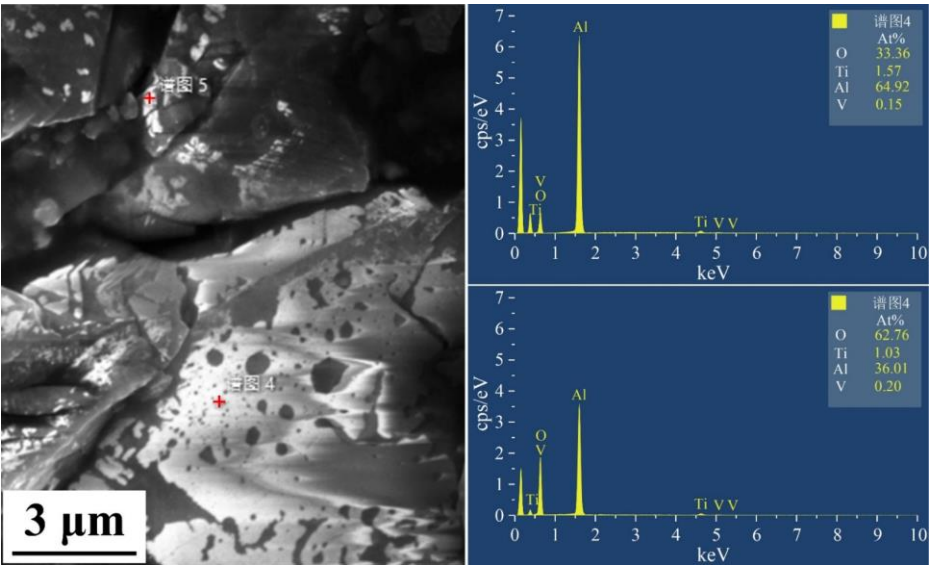


图 4-3 二次喷丸表面 EDS 分析

4.2.2 表面粗糙度分析

通过图 4-4 展示的二维表面轮廓图，可以测定材料表面的粗糙度参数，具体包括 Sa、Sq 和 Sz 等。这些参数的具体数值见表 4-1。

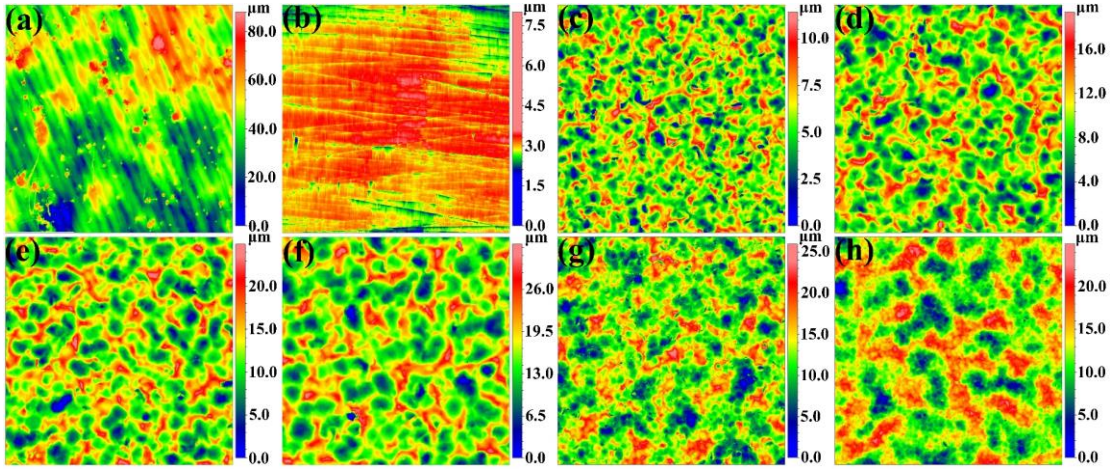


图 4-4 TC4 合金喷丸前后二维表面轮廓；(a) AS；(b) AS+M；(c) SP0.21；(d) SP0.31；
(e) SP0.41；(f) SP0.51；(g) SP0.51+0.17；(h) SP0.51+0.17+0.1

表 4-1 TC4 喷丸前后表面粗糙度值

样品	Sa (μm)	Sq (μm)	Sz (μm)
AS	7.56	9.60	61.06
AS+M	0.1936	0.2533	7.9968
SP0.21	1.3784	1.7383	11.4481
SP0.31	2.4058	2.9998	19.4016
SP0.41	3.0616	3.8221	24.9127
SP0.51	4.0207	5.0591	32.9392
SP0.51+0.17	3.0495	3.8161	25.976
SP0.51+0.17+0.17	2.9525	3.6537	24.9903

图 4-5 为 TC4 合金在喷丸处理前后的表面粗糙度剖面图。喷丸处理后的表面粗糙度受多因素影响，包括工艺参数、原始表面状态及材料硬度等。结合图 4-6 TC4 合金喷丸前后表面粗糙度的变化趋势可知，AS 样品具有 SLM 成形过程中的表面毛刺等现象，导致其表面粗糙度最高，Ra 为 8.56 μm。表面经过机械研磨后变得平整导致粗糙度迅速降低，仅为 0.19 μm。喷丸处理后材料表面的机械研

磨痕迹消失，产生大量的撞击坑，而撞击坑的峰谷高度差大于磨削表面，导致表面粗糙度增加。SP0.21 样品的 Ra 值由 AS+M 样品的 $0.19\ \mu\text{m}$ 增至 $1.54\ \mu\text{m}$ ，随着喷丸强度的提高，弹坑尺寸逐渐扩大，峰谷高度差增加，表面起伏效果加剧，导致表面粗糙度进一步增加，当喷丸强度达到 $0.51\ \text{mmA}$ 时，Ra 增加至 $4.47\ \mu\text{m}$ 。然而，通过低强度、小尺寸的陶瓷丸进行二次喷丸处理后，表面粗糙度降低至 $2.82\ \mu\text{m}$ 。经过三次喷丸处理后，表面粗糙度进一步降低，SP0.51+0.17+0.1 样品由 SP0.51+0.17 样品的 $2.82\ \mu\text{m}$ 降低至 $2.64\ \mu\text{m}$ ，表明复合喷丸可以有效改善传统喷丸造成的表面起伏效应，具有更加优异的表面处理效果。

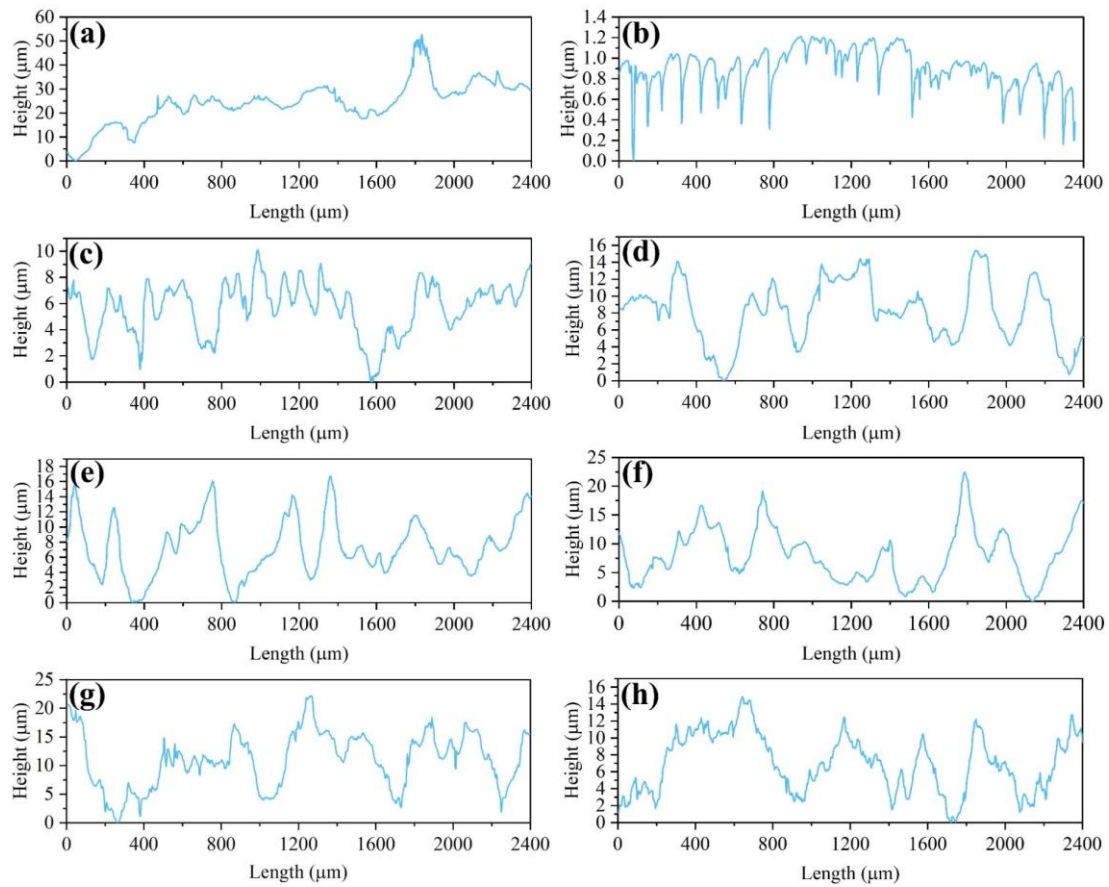


图 4-5 TC4 合金喷丸前后表面粗糙度轮廓图：(a) AS；(b) AS+M；(c) SP0.21；(d) SP0.31；(e) SP0.41；(f) SP0.51；(g) SP0.51+0.17；(h) SP0.51+0.17+0.1；

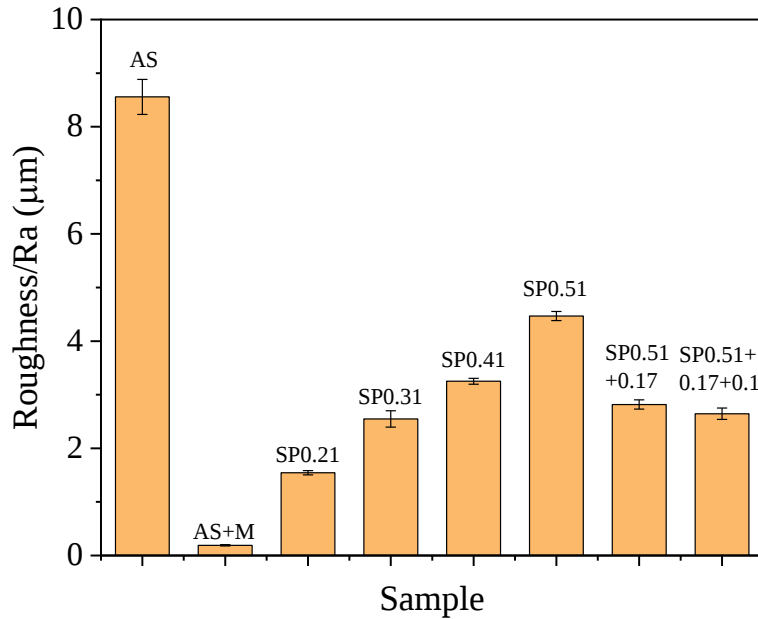


图 4-6 TC4 合金喷丸前后表面粗糙度趋势

4.2.3 表面润湿性评估

润湿性是表征固体表面特性的关键参数，其反映了液体在固体表面的铺展行为与亲和性，这一特性直接影响材料的表面生物相容性和耐腐蚀性能。对于 TC4 合金而言，喷丸处理使钛合金表面晶粒细化且变得更加致密，减少微裂纹和缺陷，并导致晶界密度和位错密度增大，这些改变有助于提高显微硬度和促进表面钝化膜的快速形成，进而提高耐蚀性^[84]。喷丸处理在赋予钛合金诸多优势的同时，也会引发一系列负面效应，包括表面粗糙度的提升、应力集中系数的增加，以及表面润湿性的减弱。

图 4-7 为去离子水在不同样品表面的铺展情况。从图 4-8 中可以看出，去离子水在 TC4 磨削表面上的接触角为 50.8° ，小于 90° ，表明合金表面具有轻微的亲水性。经过 0.21 mmA 、 0.31 mmA 、 0.41 mmA 和 0.51 mmA 强度的单次喷丸处理后，表面接触角分别为 57.8° 、 60.7° 、 64.5° 和 70.1° 。虽然表面所测接触角均小于 90° ，但 TC4 合金的静态接触角逐渐增大，表明表面的润湿性下降。而经过二次喷丸处理后，表面接触角迅速增大，SP0.51+0.17 样品的水接触角为 87° 。三次喷丸后水接触角有明显降低，SP0.51+0.17+0.1 样品的水接触角为 69.8° 。较单次喷丸和二次喷丸均有降低。

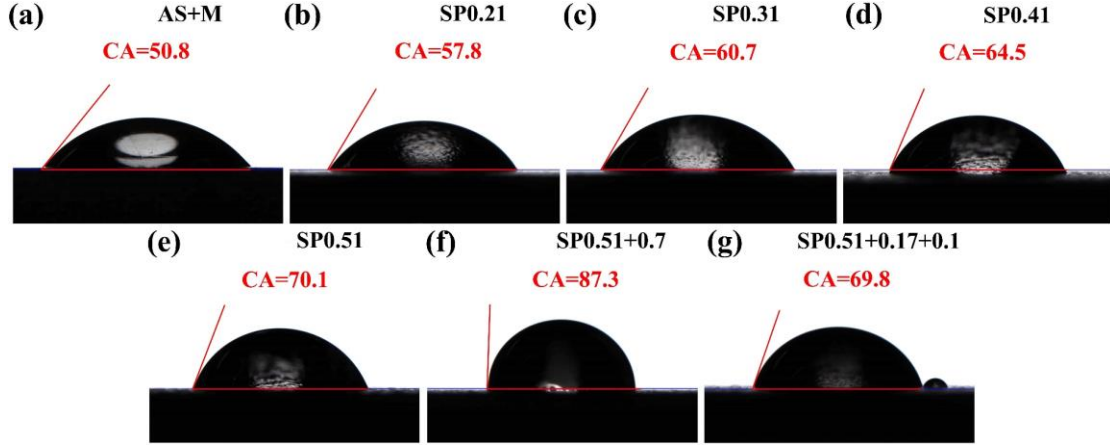


图 4-7 不同样品的静态接触角

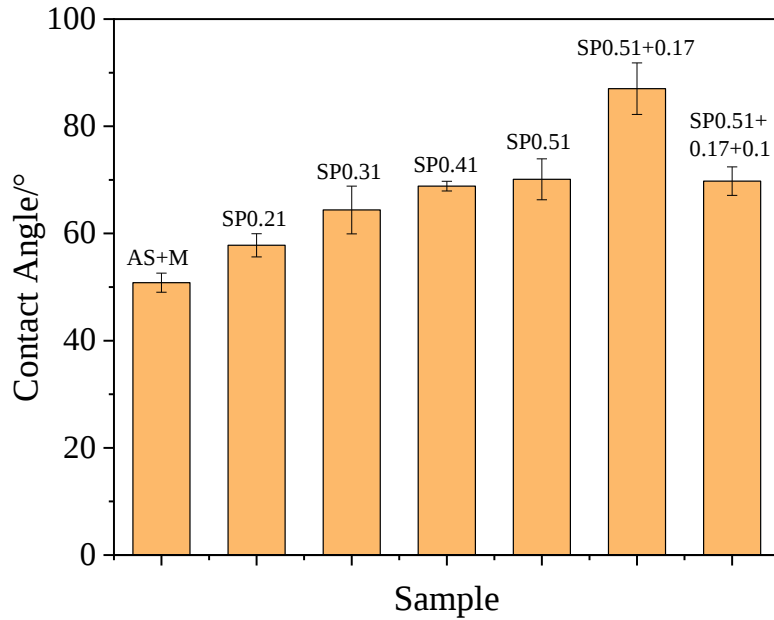


图 4-8 不同样品的水接触角

微纳米结构和高表面能是决定材料润湿性的基本要素^[114-116]。通过将去离子水滴到 TC4 表面，基于 Youngs 方程^[117]可以采用 Owens-Wendt-Rabel-Kaeble (OWRK) 模型^[118]和 Owen-wendt^[119]等方法计算固体的表面自由能 (Surface free energy, SFE)。本文采用 Fowkes 方法^[120]计算 SFE。该方程如下：

$$\gamma_{lv}(1 + \cos\theta) = 2\sqrt{\gamma_{sv}^d \cdot \gamma_{lv}^d} \quad (4-1)$$

式 (4-1) 中， γ_{lv} 、 θ 、 γ_{sv}^d 和 γ_{lv}^d 分别代表液体表面能、接触角、固体表面能和液体色散表面能分量，其中 γ_{lv} 与 γ_{lv}^d 分别为 72.75、22.1 mJ/m²。

将相应参数代入式(4-1)，得到不同样品的固体表面能。如图 4-9 所示，AS+M

样品的 SFE 最大, 为 159.37 mJ/m^2 。单次喷丸处理后, SFE 有明显下降, 且随着喷丸强度的增加而降低, SP0.21、SP0.31、SP0.41 和 SP0.51 样品的固体表面能分别为 140.68 、 132.98 、 122.60 和 107.64 mJ/m^2 。二次陶瓷喷丸后, 样品的固体表面能大幅降低, 而三次玻璃喷丸后, 表面能又迅速增加。Shen^[121]等人对 Ti-6Al-7Nb 合金进行激光冲击喷丸处理, 发现处理后的合金表面自由能降低, 这主要是由激光烧蚀效应导致。固体表面的可润湿性受其表面能大小的影响, 液体在固体表面能够自发铺展的关键在于液体的表面能需小于固体的表面能。液体表面能越低或固体表面能越高, 越有利于液体在固体表面的铺展; 反之, 则抑制铺展行为的进行。单次喷丸处理通过降低 TC4 表面的自由能, 导致 TC4 的润湿性下降, 而二次喷丸后, 由于喷丸表面具有陶瓷残留等杂质, 导致表面自由能明显降低, 导致接触角变大^[122]。经过三次喷丸处理, 陶瓷残留物被击碎并清除, 表面自由能得以提升, 从而改善了材料的润湿性能。

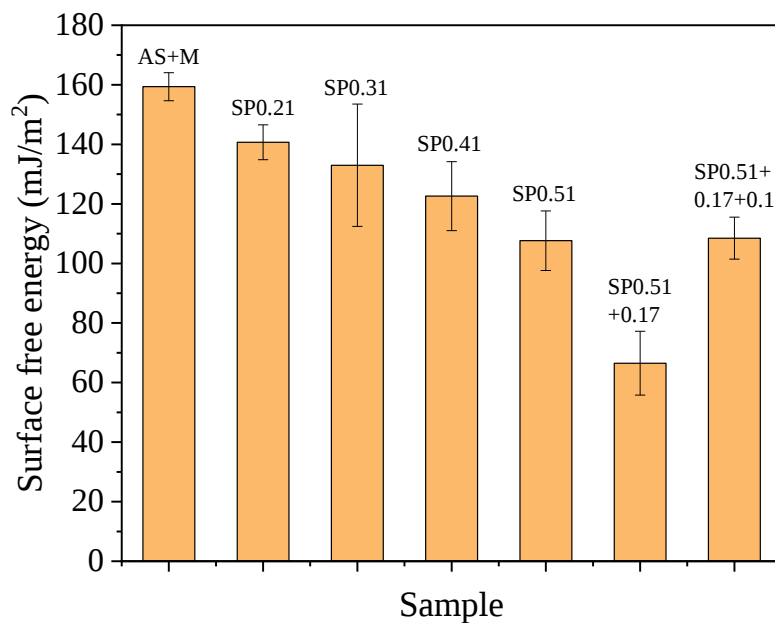


图 4-9 不同样品的表面自由能

润湿性降低还可能与喷丸表面结构允许空气困在液体和固体内部有关^[123]。如图 4-10 所示。由于单次喷丸处理后样品的表面粗糙度增加。基于这种情况, 本文引入 Cassie-Baxter 模型^[124]来解释这一现象。该模型描述了由于表面粗糙度的增加, 液滴无法完全穿透粗糙表面, 而是停留在表面的顶部, 同时在其下方捕获空气, 形成非完全接触状态。Tomczyńska-Mleko 等^[125]同样认为, 液体更倾向

于停留在“空气微垫”之上，而非完全接触表面，这种非完全接触状态导致液体接触角增大，进而降低了表面的润湿性。Zhao 等^[126]通过对 Ti60 和 TC11 合金进行机械喷丸强化(Mechanical shot peening, MSP)和激光冲击喷丸(Laser shot peening, LSP)处理，发现润湿性与表面能和粗糙度呈负相关。TC4 合金本质上是亲水金属，经过单次喷丸处理后表现出更高的接触角，这表明实验观察结果与 Cassie-Baxter 模型的原理一致。而由于二次陶瓷喷丸导致的表面残留杂质，改变了表面的微结构，这些杂质减少了水滴与表面结构之间的接触面积，导致了更高的接触角并降低润湿性。三次玻璃喷丸可将陶瓷残留击碎并改善表面微结构，增加表面与水的接触面积，从而提高材料的润湿性。固体的表面自由能和表面粗糙度是影响材料润湿性的主要因素，为实现最佳的润湿性能，应适当降低表面粗糙度并减少表面杂质残留。过高的表面粗糙度会增加材料表面的不规则性，表面杂质也会阻碍液体与材料的直接接触，二者均会导致润湿性下降。

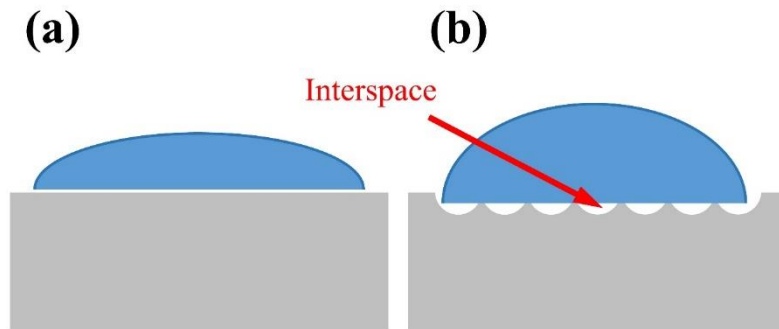


图 4-10 液滴在不同表面形貌样品铺平示意图：(a) 未喷丸样品；(b) 喷丸样品

4.3 喷丸变形层组织结构

4.3.1 喷丸表层金相组织

TC4 合金的去应力退火金相组织如图 2-3 所示。AS 样品在去应力退火状态下的典型显微组织为初生柱状 β 相中分布着长宽比较大的细针状的 α/α' 马氏体。由于基板垂直方向的温度梯度较大，在 SLM 成形过程中，初生 β 相通常沿 Z 方向呈柱状生长^[112]。且由于冷却速度极快， α/α' 马氏体在凝固过程中几乎没有时间完全生长，从而形成针状结构。与 AS 样品相比，由于去应力退火温度较低，退火后的 TC4 合金的微观组织几乎没有改变。由图 4-11 (a~f) 所示，喷丸处理后，

在顶部处理层上可以清楚地观察到变形迹象。由于晶粒的极度细化，辨别初始柱状 β 晶粒和近表层内的内部针状 α/α' 马氏体变得困难。随着深度的增加，表面附近的相关晶粒细化和变形迹象逐渐减小。当喷丸强度从 0.21 mmA 增加至 0.51 mmA 时，表面强化层深度从 45.1 增加至 159.3 μm ，与单次喷丸的样品相比，二次喷丸和三次喷丸样品的近表面微观结构进一步细化，但喷丸强化诱导变形的厚度差异不大。

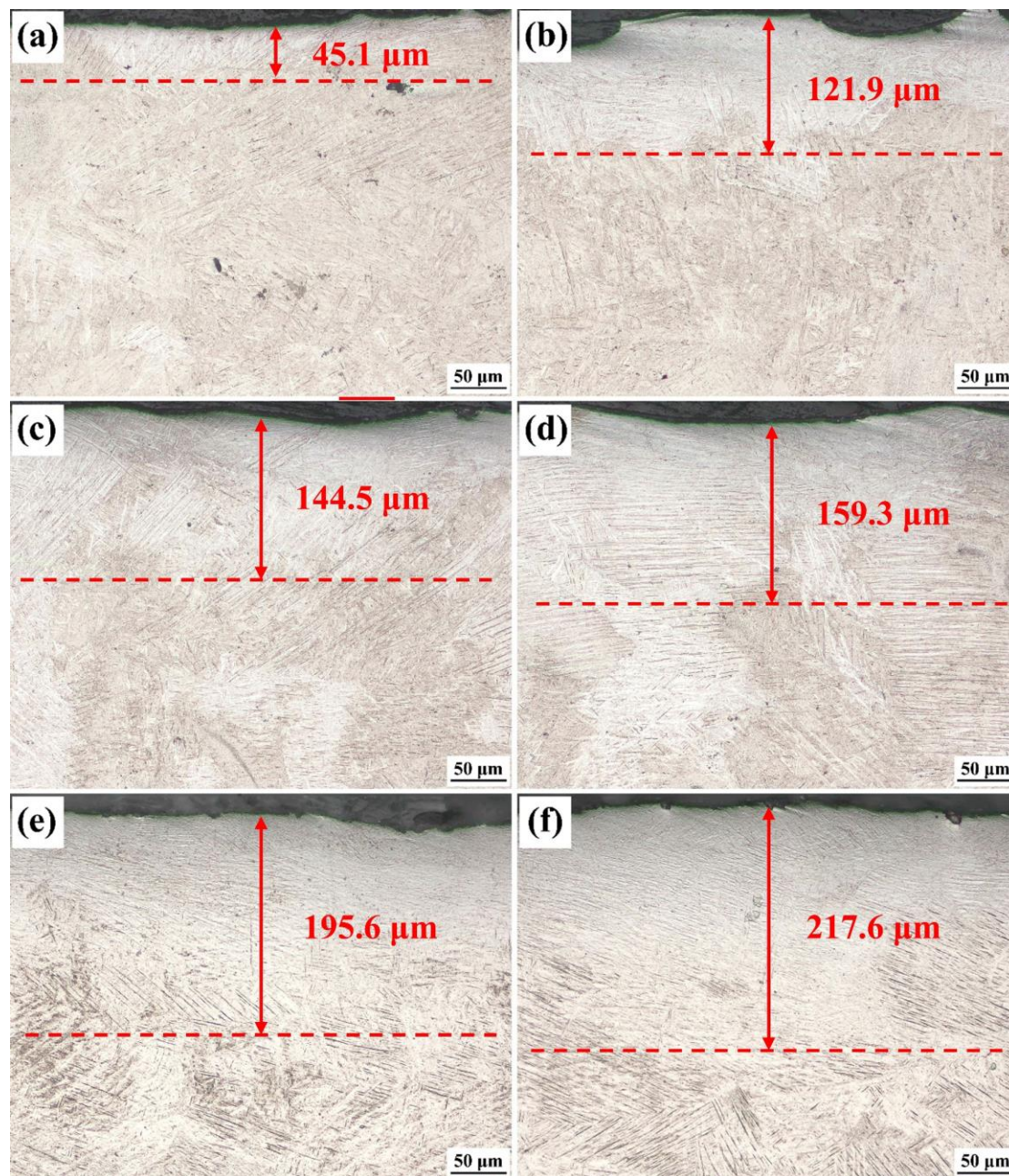


图 4-11 不同喷丸工艺 TC4 截面显微组织：(a) SP0.21；(b) SP0.31；(c) SP0.41；(d) SP0.51；(e) SP0.51+0.17；(f) SP0.51+0.17+0.1

4.3.2 喷丸表面物相组成

图 4-12 为不同样品表面的 XRD 图谱。AS+M 样品的衍射峰强度高且宽度窄，主要由 hcp 结构的 α/α' 马氏体组成。由于 α' 相是 α 相马氏体的非平衡相，它们的衍射峰完全重叠，且未观察到来自 bcc 结构 β 相的明显衍射峰。喷丸处理后样品的相组成未发生变化，但与 AS+M 样品相比，喷丸样品的衍射峰强度减弱，同时衍射峰呈现明显的宽化。衍射峰变宽主要归因于喷丸处理后材料表面晶粒的细化、晶格畸变和位错密度的增加^[127, 128]。喷丸塑性变形形成的微观缺陷对晶体的完整性造成了破坏，从而降低了衍射峰的强度。

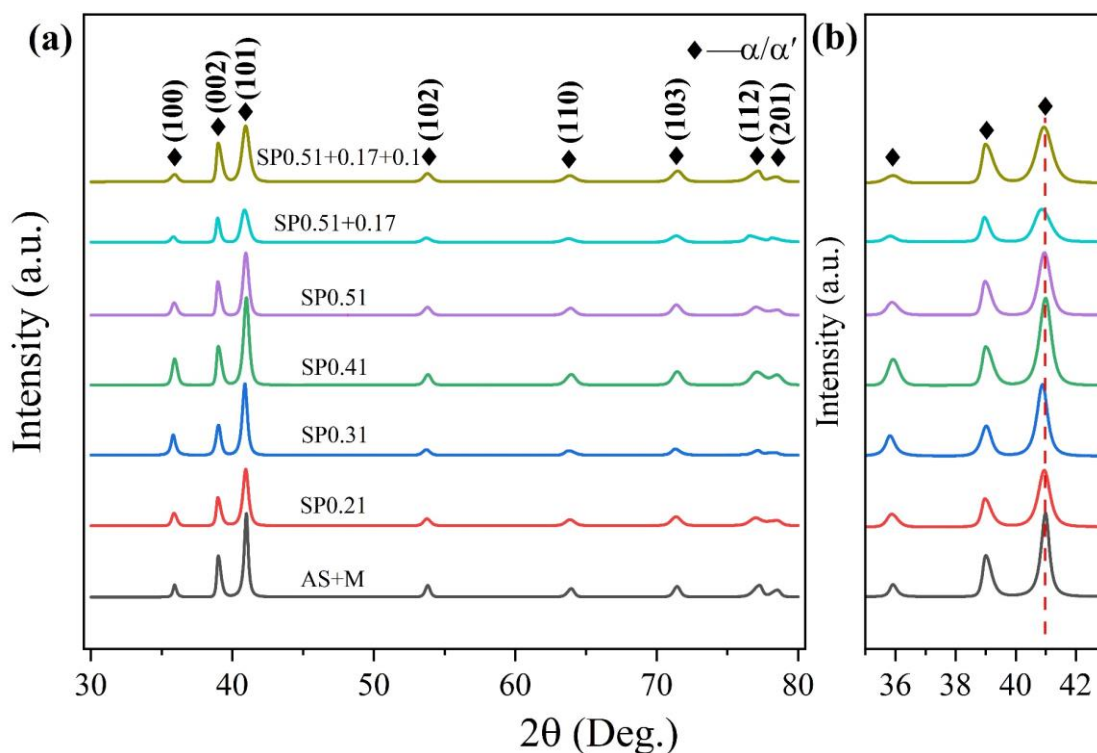


图 4-12 (a) TC4 合金的表面 XRD 图谱；(b) 部分衍射范围的 XRD 图谱。

4.3.3 喷丸表层微观结构特征

图 4-13 (a~d) 显示了样品的 ECCI 横截面显微图，插图为在距表面 50、100 和 200 μm 深度处的局部放大图像。观察表明，喷丸处理产生了厚度为 50~70 μm 的超细晶层。这种超细晶层具有非常致密的结构，其特征是具有随机取向的晶粒以及高密度位错和晶界。随后出现一个厚度约 100 μm 的过渡区，变形组织变得不均匀，逐渐接近材料基体的特征。超过 150 μm 深度时，喷丸处理对微观结构

特征的影响变得不明显。在 SEM-ECC 图像中，晶粒对比度的变化主要由于晶粒内显著的取向差，变形较大的处理表层对比度较低，显得明亮，而变形较小的芯部通常对比度较大。图 4-14 (a~d) 所示的 EBSD 结果证实了这种对比度变化。AS+M 样品主要由微米尺度的 α/α' 马氏体组成。由于超细晶组织和明显的晶粒畸变，喷丸表面附近晶粒的 EBSD 分辨率很差。EBSD 的结果与 SEM 的观察结果一致，表明了微观结构的梯度变化，由表及里晶粒尺寸逐渐增加。且三种喷丸工艺下，三次复合喷丸具有最佳的晶粒细化效果。

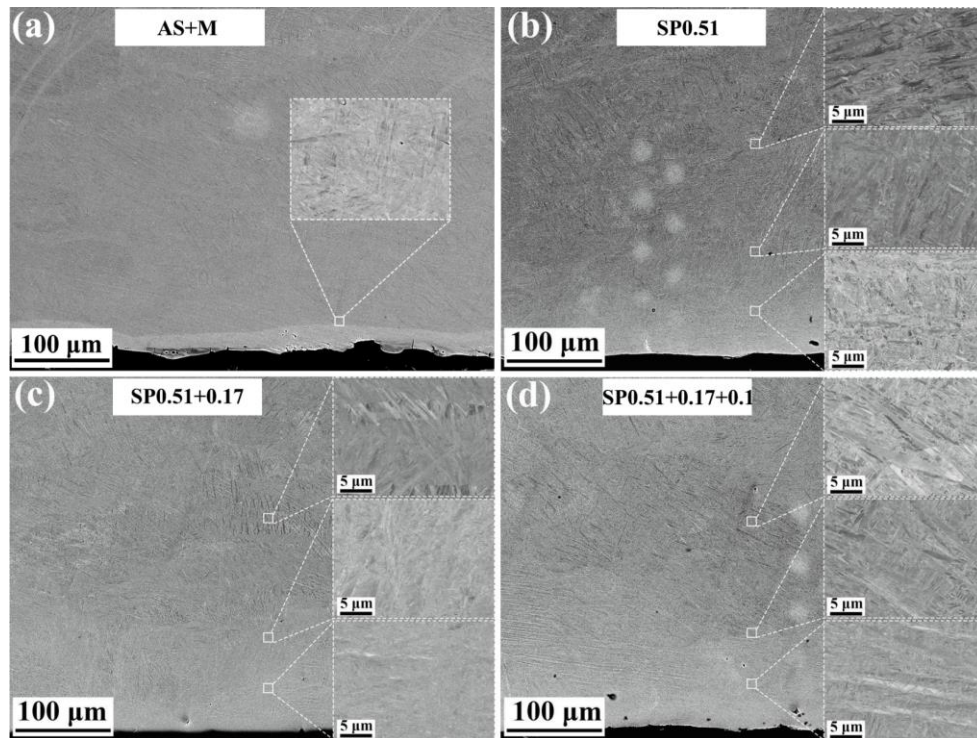


图 4-13 (a) AS+M、(b) SP0.51、(c) SP0.51+0.17 和 (d) SP0.51+0.17+0.1 样品的近表面

层横截面 SEM-ECC 图片

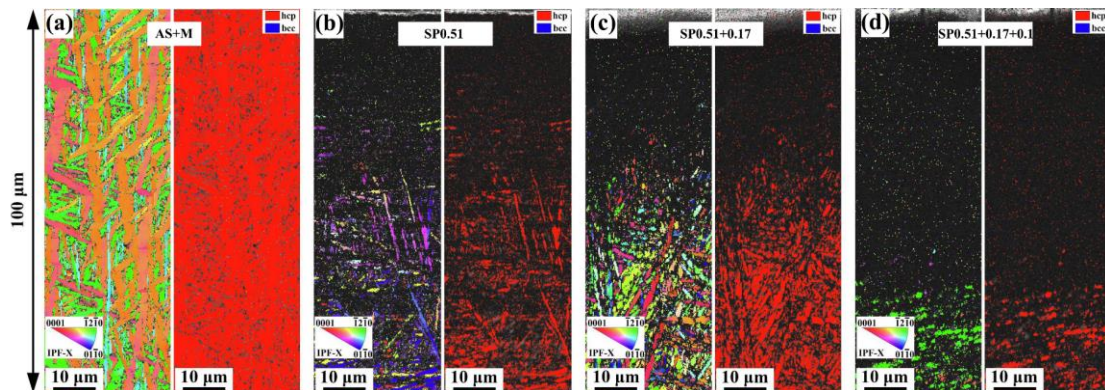


图 4-14 (a) AS+M、(b) SP0.51、(c) SP0.51+0.17 和 (d) SP0.51+0.17+0.1 样品的 EBSD

反极图和相图图像

图 4-15 显示了 AS+M 样品以及 SP0.21 和 SP0.51 喷丸强化样品表层的 TEM 明场像。从图 (a) 和 (a1) 可以看出, AS+M 样品由典型的针状 α' 马氏体, 其中含有极少量的位错。电子衍射对比显示, 单个未变形马氏体针内部几乎没有取向差异。经喷丸处理后, 位错亚结构显著增加, 材料的微观取向变得更加明显。如图 (b) 和 (b1) 所示, SP0.21 样品中的 α' 马氏体发生了严重细化, 位错密度和缠结明显增加。随着喷丸强度增加到 0.5 mmA, α' 马氏体进一步碎裂, 形成大量具有明显取向差异的位错单元, 表明微观结构更加细化。

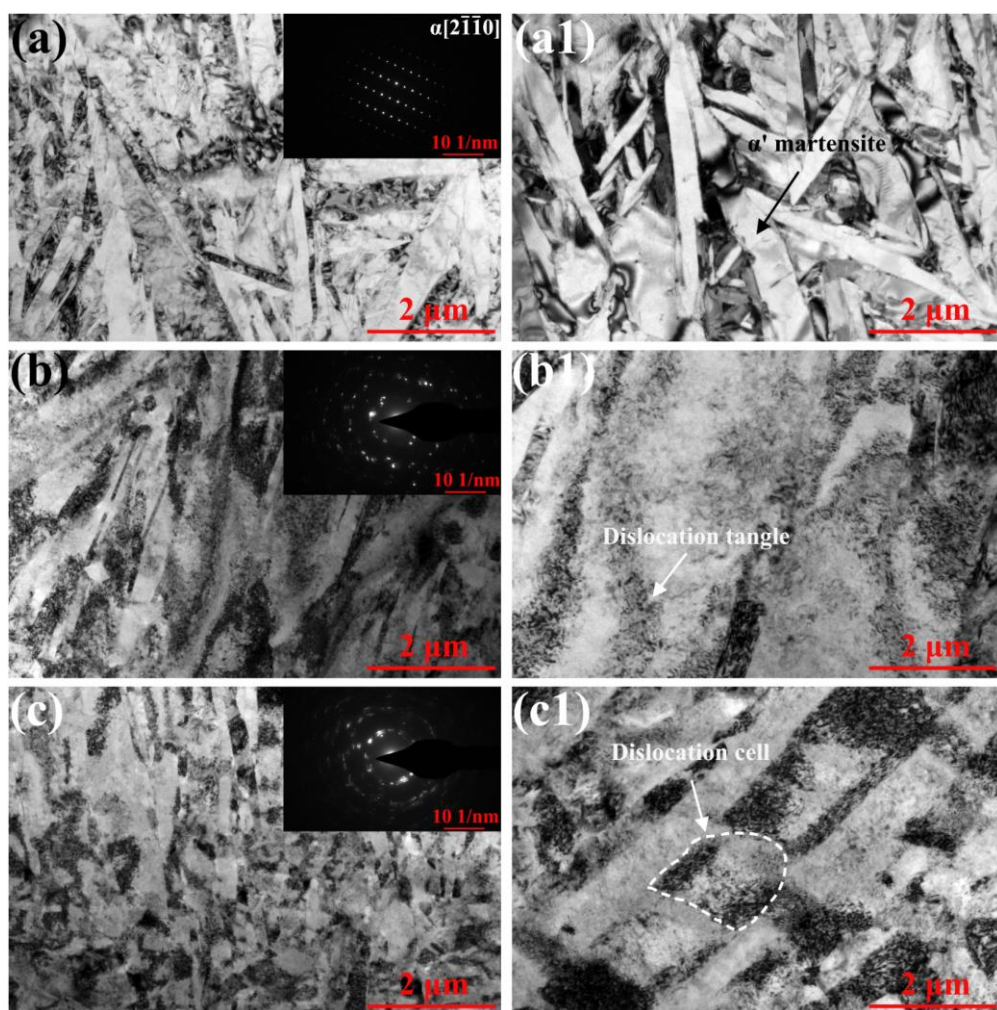


图 4-15 (a, a1) AS+M、(b, b1) SP0.21 和 (c, c1) SP0.51 样品的 TEM 明场像, 插图部分为虚线圆圈中区域衍射图样

利用高分辨率透射电子显微镜 (HRTEM) 和高角度环形暗场 (HAADF) 成像技术, 进一步分析了 SP0.51 喷丸强化表面的高应变区域。如图 4-16(a) 所示, SP0.51 样品表面具有高位错密度的超细晶粒结构。HAADF 和 EDS 结果 (图 4-

16(b~e))表明,这些超细晶粒内的元素分布均匀。从 HRTEM 结果(图 4-16(f))可以看出,具有相同结晶结构的晶粒表现出明显的取向差异和晶格畸变,这些区域的亚晶粒达到了纳米结晶尺度。图 4-16(g)中的 IFFT 图像显示了变形晶粒内部的高度扭曲,在这些高度扭曲区域附近发现了大量位错,如符号 $\perp$ 所示。

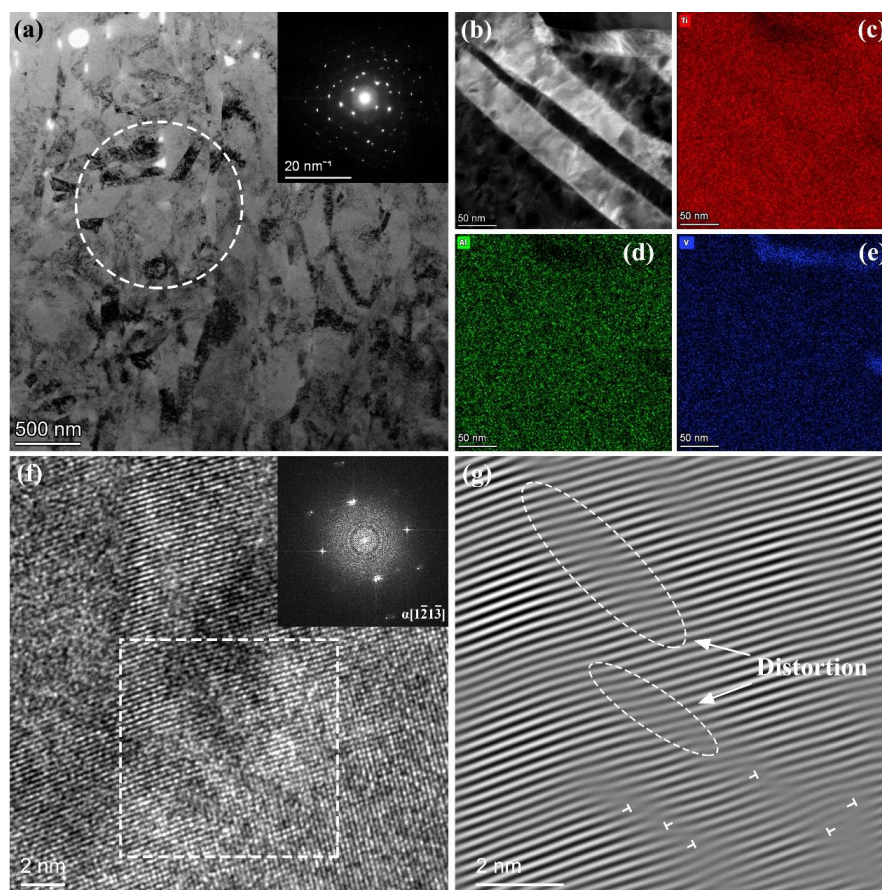


图 4-16 (a) SP0.51 样品中超细微观结构 TEM 图像; (b) 高角度环形暗场 (HAADF) 图像; (c~e) 钛、铝和钒的相应 EDS 元素映射; (f) HRTEM 图像和 (g) 在 (f) 中矩形区域的相应反傅立叶变换 (IFFT) 图样

4.4 SLM 成形 TC4 合金喷丸残余应力

残余应力与处理表面距离的变化分布如图 4-17 所示。由于在打印过程中温度梯度极高且冷却速度快, SLM 成形的构件内往往存在显著的热拉应力^[129, 130]。经去应力退火处理后, AS+M 样品内部残余应力较小, 约为 20 MPa, 而在喷丸处理之前由于机械磨削引入的表面残余压应力约为-160 MPa。喷丸处理样品表现出典型的倒勾状残余应力分布, 其特征主要是在样品的表层形成高水平的残余压

应力，次表层达到最大值，且随深度增加压应力逐渐减小并最终转变为拉应力。随着单次喷丸强度提升，最大残余压应力（ σ_{mrs} ）、其对应深度（ Z_m ）及残余压应力影响总深度（ Z_0 ）均呈上升趋势，但表层残余压应力（ σ_{srs} ）数值保持稳定。这是由于喷丸强度增加虽能通过增强弹丸冲击能量促进塑性变形层深度增加，但表层材料弹塑性变形易达饱和状态，导致表面残余压应力不再随强度增加而升高，该现象与 Luo 等^[99]的研究结论一致。二次及三次喷丸处理虽未改变残余压应力总深度（ Z_0 ），但通过叠加效应使近表层残余压应力水平提升，并使 σ_{mrs} 峰值位置向表面偏移。表 4-2 展示了 σ_{srs} 、 σ_{mrs} 、 Z_m 和 Z_0 四个残余应力场特征的参数。

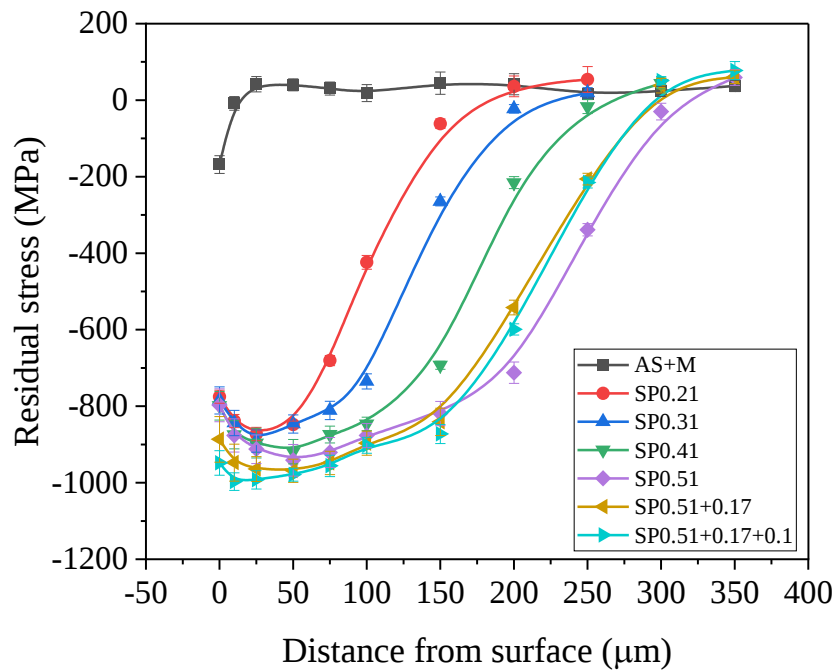


图 4-17 残余应力分布随表面的距离变化

表 4-2 不同喷丸处理后 TC4 合金的残余应力场参数

样品	σ_{srs} (MPa)	σ_{mrs} (MPa)	Z_m (μm)	Z_0 (μm)
SP0.21	-774.8 ± 17.1	-872.4 ± 17.4	25	180
SP0.31	-784.6 ± 35.3	-890.7 ± 29.2	25	230
SP0.41	-798.5 ± 37.5	-918.6 ± 32	50	270
SP0.51	-797.3 ± 42.9	-941.1 ± 41.4	50	300
SP0.51+0.17	-886.4 ± 33.4	-968.4 ± 30.2	50	275
SP0.51+0.17+0.1	-947.9 ± 32.1	-996.9 ± 23	10	275

4.5 本章小结

本章对 SLM 成形 TC4 合金进行传统单次喷丸和复合喷丸处理。利用 XRD、SEM、等方法对 TC4 合金表面形貌和组织变化进行研究，分析了不同喷丸工艺对 TC4 合金的残余应力分布和表面润湿性的影响，主要得出以下结论：

（1）单次喷丸造成材料表面粗糙度升高，且粗糙度随着喷丸强度的增加而增加，最高达到 $4.47\ \mu\text{m}$ ，采用低强度小尺寸弹丸工艺进行多次喷丸可显著降低表面起伏现象，进而降低 TC4 合金表面粗糙度，三次喷丸后表面粗糙度降低至 $2.64\ \mu\text{m}$ 。

（2）喷丸处理能够显著细化 SLM 成形 TC4 合金中的针状 α' 马氏体组织。EBSD 结果表明，喷丸后的材料截面表现出梯度微观结构，晶粒尺寸由表及里逐渐增加，且多次喷丸后的晶粒影响层深度更深。

（3）喷丸处理可在材料表面引入残余压应力。与单次喷丸工艺相比，多次喷丸处理进一步增加了近表层的残余压应力，三次喷丸后最大残余应力达到 $996.9 \pm 23\ \text{MPa}$ ，且使 σ_{mrs} 的位置更加趋近于表面，但并未增加喷丸影响层的厚度。

（4）喷丸处理通过调控表面自由能和粗糙度等特性来改善润湿性能。喷丸处理导致 TC4 合金的水接触角增大，且与喷丸强度呈正相关，喷丸处理降低了 TC4 合金表面的润湿性，但所有喷丸表面都保持亲水性。优秀的表面质量和较低的粗糙度是改善材料润湿性的关键。

第 5 章 喷丸处理对 SLM 成形 TC4 合金力学性能的影响

5.1 引言

金属构件的疲劳断裂、应力腐蚀及摩擦磨损等失效现象往往发生于材料表面, 这些失效行为对表层的力学特性较为敏感。喷丸强化作为一种工艺简洁、适用性广泛且能耗较低的表面强化技术, 在表面工程领域具有重要地位, 是提升材料表面性能、延长构件服役寿命的有效方法。作为典型的冷加工表面强化方法, 喷丸处理通过可控弹丸撞击金属表面形成残余压应力场和加工硬化层, 进而提升材料的疲劳强度。该技术的几何特征适应性强, 配合可调整的弹丸尺寸、速度及覆盖率等工艺参数, 使其在增材制造后处理领域表现出独特的优势。有研究表明, 喷丸处理可有效改善增材制造构件的磨损性能^[131, 132]与疲劳性能^[133, 134]。本章对 SLM 成形 TC4 合金喷丸样品的表层力学性能进行研究并探讨不同喷丸工艺对其表层力学性能的影响。

5.2 喷丸强化层显微硬度

图 5-1 为喷丸处理后合金横截面显微硬度的分布情况。如图 5-1 所示, 对于 AS+M 样品, 近表面和芯部材料的硬度基本一致, 平均硬度约为 380 HV_{0.2}。经喷丸处理后, 材料表面形成梯度分布的硬化层, 显微硬度由表及里逐渐降低。单次喷丸强度越大, 表层显微硬度越高, 四种喷丸强度下的表面硬度值分别为 422.9、424.8、436.4 和 443.1 HV_{0.2}, 且所有处理条件下的硬化层深度均为 200 μm 左右。与单一喷丸处理相比, 多次喷丸处理可以进一步提高近表面材料的硬度。SP0.51+0.17 和 SP0.51+0.17+0.1 样品的表面硬度相当, 均约为 460 HV_{0.2}, 较 AS+M 样品增加了 19%, 表明多次喷丸具有加工硬化优势。

喷丸处理通过诱发表面晶粒细化、显微组织畸变等微观结构变化, 形成残余压应力场。这些显微组织特征不仅体现在表面硬度的提升上, 还可通过 X 射线衍射峰半高宽 (Full width at half maximum, FWHM) 进行表征。FWHM 是材料微观组织结构的重要指标, 能够间接表征材料的力学性能, 在工程中常用于评估材料

的加工硬化或软化特性^[135]。图 5-2 显示了喷丸处理前后样品的 FWHM 沿深度方向分布情况。如图所示，未经喷丸处理的样品，其 FWHM 从表面至芯部基本保持稳定。经喷丸处理后，表层 FWHM 增加并随深度增加而降低，在深度约 200 μm 时趋于稳定。喷丸强度与 FWHM 呈正相关，单次喷丸强度越高，相同深度处的 FWHM 越大，表明加工硬化效果较好。与单次喷丸相比，多次喷丸处理的样品表面 FWHM 进一步增大，这与硬度梯度分布特征具有良好对应性。

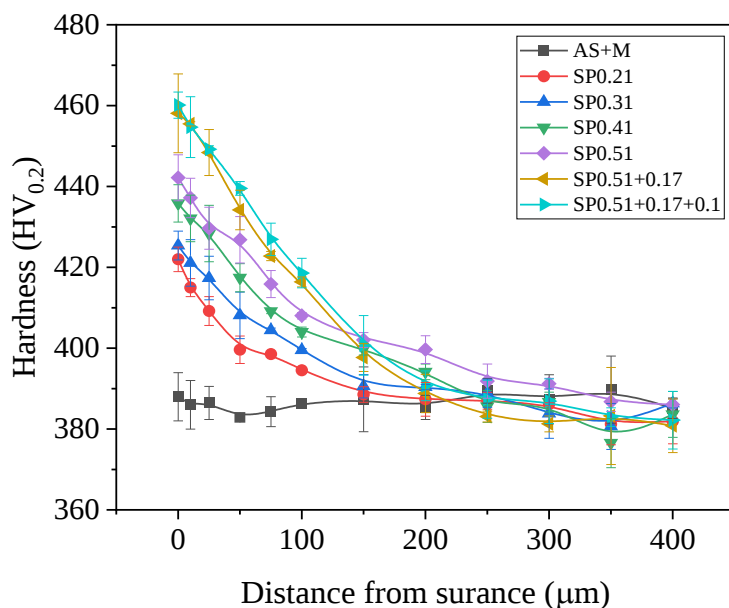


图 5-1 喷丸前后 TC4 合金样品沿深度方向显微硬度分布

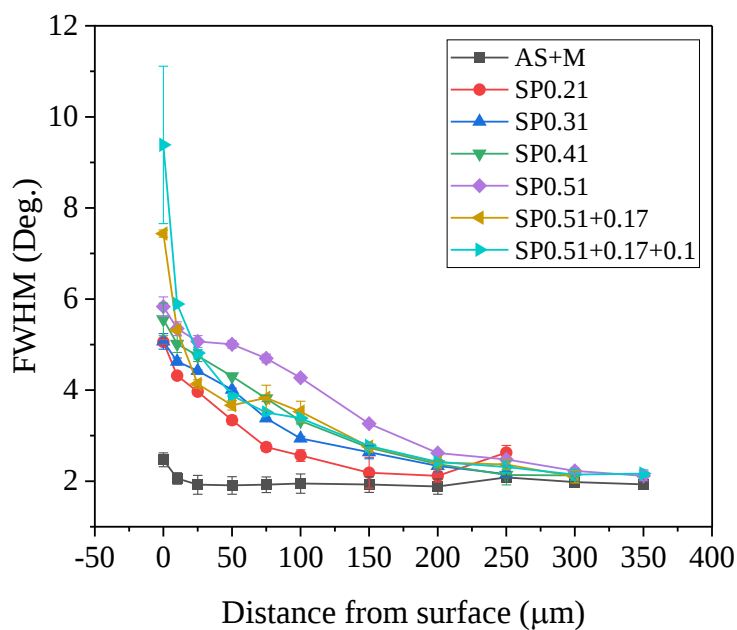


图 5-2 喷丸前后 TC4 合金样品沿深度方向 FWHM 分布

5.3 喷丸处理对 SLM 成形 TC4 合金耐磨性能的影响

5.3.1 摩擦性能

摩擦系数是衡量材料抗磨损性能的核心指标之一，在相同的实验条件下，通常摩擦系数越低，表明材料的耐磨性能越好。图 5-3 (a) 展示了不同喷丸工艺样品的摩擦系数随时间的变化曲线，如图所示，每条摩擦系数曲线都呈现出初始磨损和稳定磨损两个阶段。对于未喷丸样品，在初始阶段其摩擦系数初始很大，随后逐渐减小，最后又逐渐增大至进入稳定阶段。如图 5-3 (b) 所示，与未喷丸样品相比，喷丸样品的在初始的跑合过程呈现出一个平稳阶段，其摩擦系数很低，且喷丸强度越高，平稳阶段的持续时间越长。随后摩擦系数迅速上升并出现局部反复波动，但整体保持在相对稳定水平。

如图 5-4 所示的各样品平均摩擦系数可知，AS+M 样品的平均摩擦系数最高，为 0.481，喷丸样品的平均摩擦系数均低于未喷丸样品。随着单次喷丸强度从 0.21 mmA 增加至 0.51 mmA，样品的平均摩擦系数从 0.455 降低至 0.332。然而，样品经过二次陶瓷喷丸后，摩擦系数迅速上升至 0.458，随后经三次玻璃喷丸后，又下降至 0.333，恢复至单次喷丸水平。

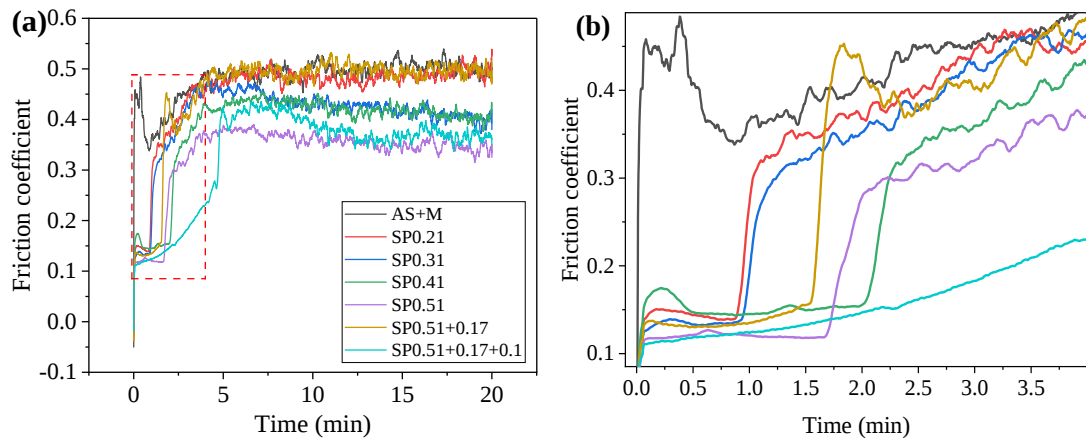


图 5-3 (a) TC4 合金摩擦系数与滑动时间的关系；(b) 红色区域放大图示

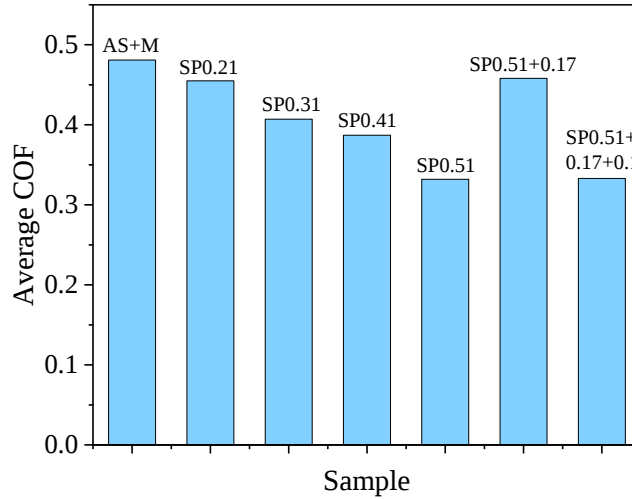


图 5-4 不同样品的平均摩擦系数

图 5-5（a~g）展示了磨损轨迹的三维形貌。如图 5-5（a）所示，在 5 N 载荷下，AS+M 样品经过 20 min 摩擦测试后，表面形成明显深而宽的磨损沟槽，并伴有大量粘着碎屑，但根据图 5-5（h）的磨痕轮廓图可知，随着单次喷丸强度的增加，磨损轨迹深度逐渐变浅，宽度逐渐变窄，表明耐磨性能提升；而多次喷丸处理后，磨损轨迹深度呈现先增加后降低的趋势。

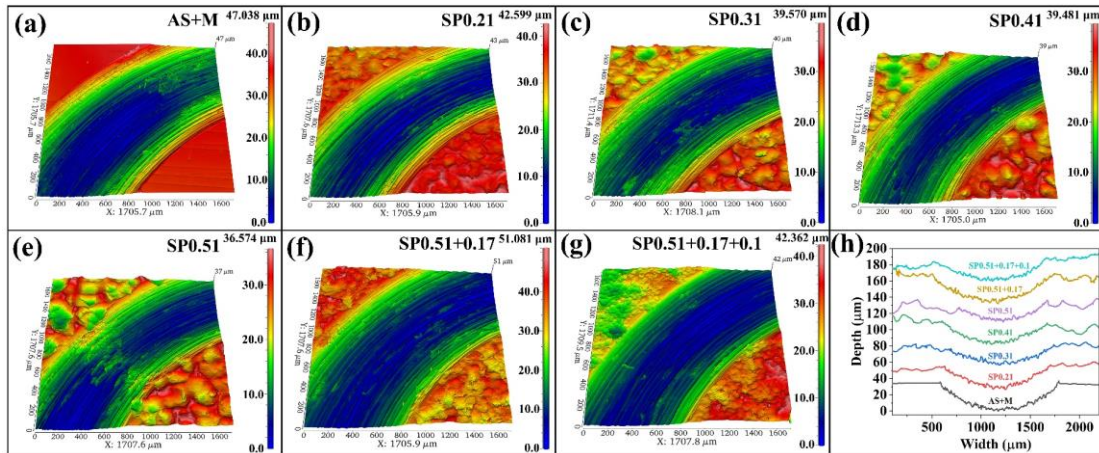


图 5-5（a~g）TC4 合金磨损轨迹 3D 形貌图；（h）磨痕轮廓图

为进一步量化耐磨性，通过式（5.1）计算 TC4 样品的比磨损率^[136]：

$$W = V / (F_n \cdot L) \quad (5-1)$$

式（5-1）中， W 、 V 、 F_n 和 L 分别代表比磨损率（ $\text{mm}^3/\text{N m}$ ）、磨损体积（ mm^3 ）、载荷（N）和磨损距离（m）。如图 5-6 所示，AS+M 样品的比磨损率最高，为 $10.43 \text{ mm}^3/\text{N m}$ 。喷丸处理后，比磨损率明显下降，且在单次喷丸过程中随着喷丸强度

的增加而降低。SP0.21、SP0.31、SP0.41 和 SP0.51 样品的比磨损率分别为 7.75、6.82、6.3 和 4.47 $\text{mm}^3/\text{N m}$ ，相比未喷丸样品，单次喷丸后比磨损率最高降低了 57.1%。而 SP0.51 样品在二次陶瓷喷丸后的比磨损率迅速上升至 9.07 $\text{mm}^3/\text{N m}$ ，三次玻璃喷丸后又大幅降低至 3.97 $\text{mm}^3/\text{N m}$ ，与未喷丸样品相比，三次喷丸后比磨损率最高降低了 62%，这表明多次喷丸处理可进一步提升材料的耐磨性能。

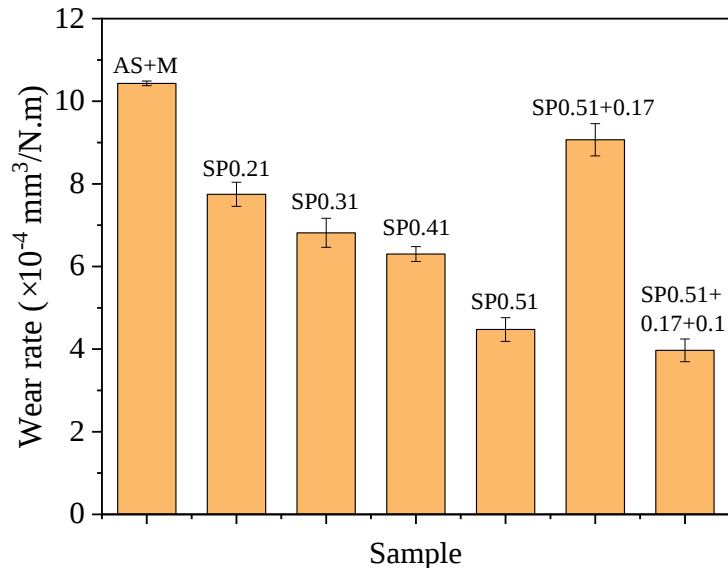


图 5-6 不同样品的比磨损率

5.3.2 磨损机理分析

为了进一步分析喷丸处理前后 TC4 合金的磨损机理，利用 SEM 对其磨损表面进行观察。如图 5-7 (a~g)，磨损表面的低倍 SEM 图像显示，磨痕的形貌特征均表现为沿着摩擦方向分布着大量清晰且平行的凹槽，这些凹槽被认为是磨粒推挤材料造成的形貌特征。进一步分析发现，随着单次喷丸强度的增加，磨痕的宽度逐渐变窄，而多次喷丸后的磨痕宽度先增加后减小。这一结果与图 5-5 (h) 磨痕轮廓的数据相吻合，共同证实了提高单次喷丸强度和多次喷丸清除表面杂质并提升表面硬化效果可以有效使磨痕变得浅而窄，减少材料的磨损量，最终提升材料的整体磨损性能。

观察图 5-7 (a₁~g₁) 所示的低倍磨损表面 SEM 形貌，磨损后的表面都呈现出明显的犁沟特征。而在 AS+M 样品表面，分布着块状的粘连区域，然而在喷丸样品中，这些块状区域消失，而是被白色的颗粒状碎屑所取代。随着喷丸强度的增大，这些碎屑的尺寸逐渐减小，数量也相对减少。图 5-7 (a₂~g₂) 磨损表面的

高倍 SEM 图显示，AS+M 样品的磨痕表面由大量的粘连区域和少量的细小碎屑组成，表明此时的磨损机制是典型的粘着磨损和塑性变形。

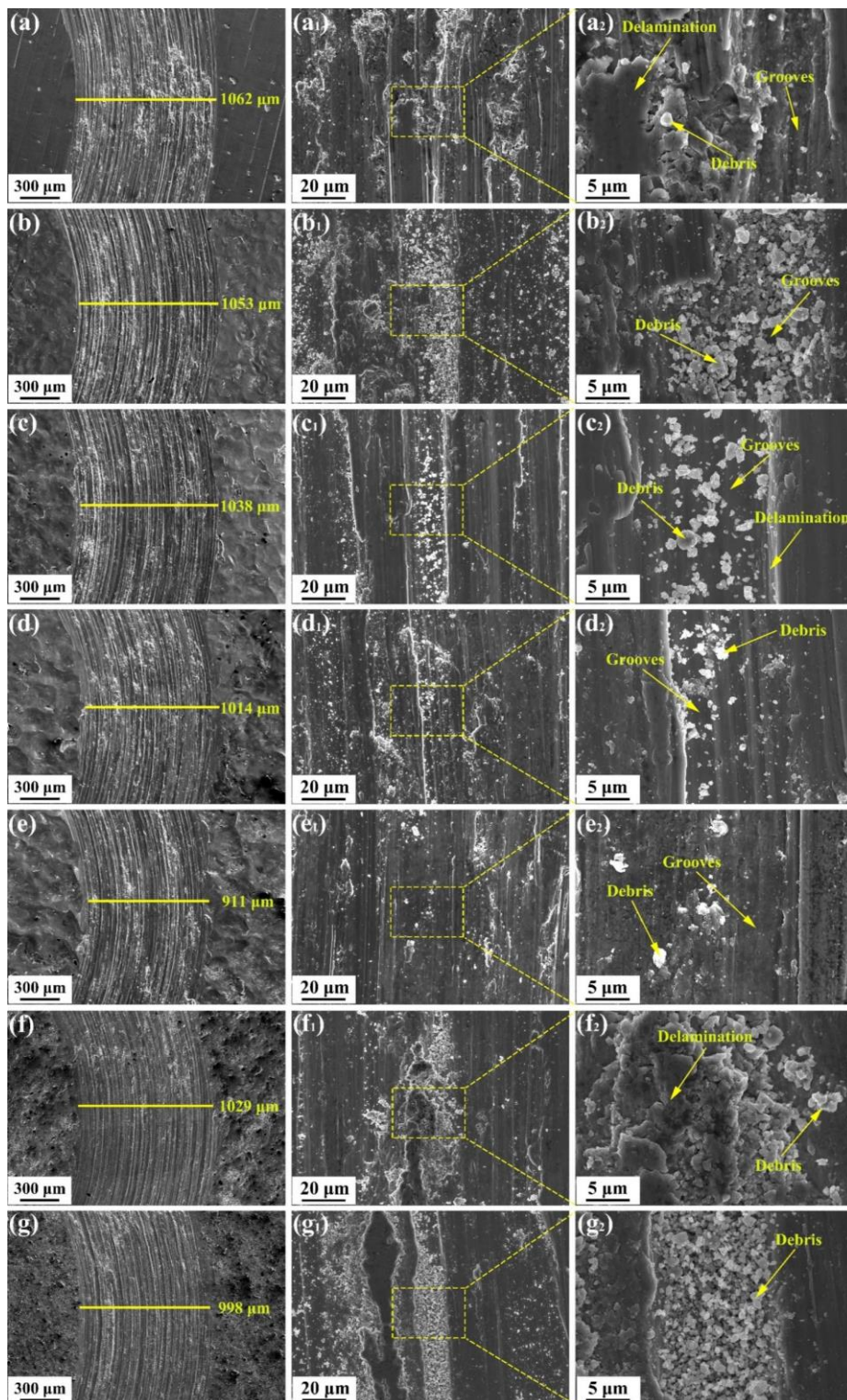


图 5-7 不同样品的磨痕 SEM 形貌：(a) AS+M；(b) SP0.21；(c) SP0.31；(d) SP0.41；(e) SP0.51；(f) SP0.51+0.17 和 (g) SP0.51+0.17+0.1

由于喷丸样品中的粘连区域消失且出现少许碎屑，根据图 5-8 的 EDS 分析结果可知，碎屑中氧含量较高，表明其在磨损过程中发生了氧化，证明磨损机制为磨粒磨损和氧化磨损的复合作用。此外。在碎屑和凹槽中均检测到少量的 Si 元素，Kan 等^[137]的研究表明，磨痕表面出现 Si 元素是在磨损过程中发生了化学反应所致。随着喷丸强度的增加，磨痕表面的碎屑数量显著减少，同时凹槽深度变浅，这表明提高喷丸强度可以提升材料表面的硬化效果，从而抑制碎屑的产生。

多次喷丸后碎屑数量的增加可能是由于后续喷丸导致的弹丸残留在材料表面或嵌入表层，这些弹丸残留在磨损过程中脱落形成额外碎屑。虽然喷丸处理提高了材料的表面硬度，但也会增加材料表面的脆性，使其在磨损中更容易产生微裂纹和剥落。随着喷丸次数增加，材料表层的加工硬化可能接近极限，导致微观结构变化，从而影响磨损行为，增加碎屑生成。

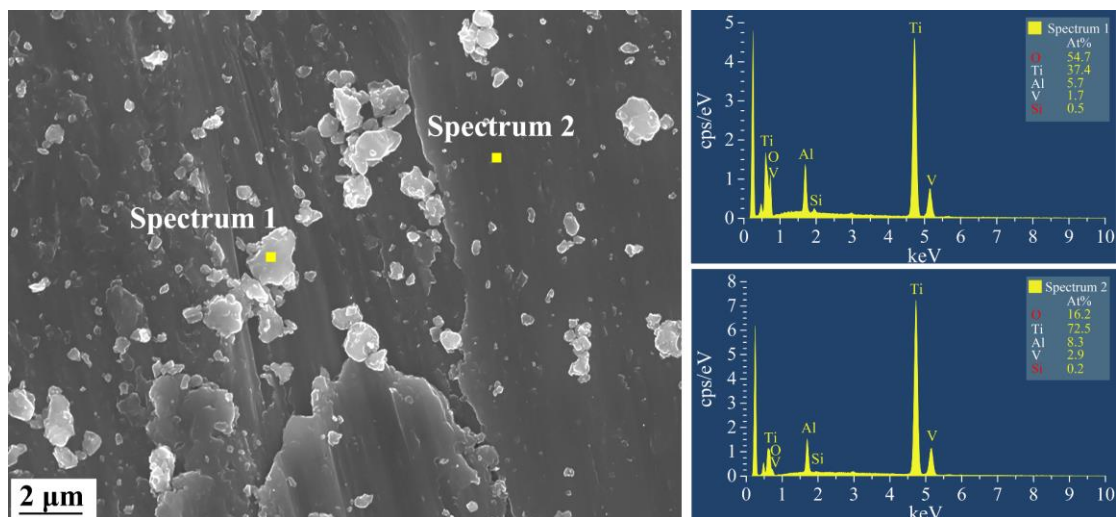


图 5-8 磨损表面碎屑和沟槽的能谱分析图

一般认为，提升材料表面硬度与强度可增强其耐磨性。喷丸处理引入的残余压应力能有效抑制磨损中的拉应力，并减少微裂纹生成^[138]。由图 5-3 (a) 所示，喷丸样品在初始跑合阶段展示了其特有的平稳阶段。如图 5-9 所示，在初始阶段，由于弹丸的高速撞击在材料表面形成了密集的弹坑，这些弹坑的存在使得 TC4 基体与摩擦副之间的实际接触面积减小。在摩擦过程中，产生的碎屑往往会聚集在弹坑之中，从而减少了碎屑在摩擦界面中的直接参与，进而大大降低了摩擦阻力。有研究人员^[139]在滑动干磨损条件下对 TC4 表面进行了纹理处理，并发现这种处理可有效捕获磨损碎片进而降低摩擦系数，这与本研究取得的效果相似。喷

丸强度与弹坑深度成正比，即喷丸强度越高，所形成的弹坑越深。因此，在高喷丸强度处理下的样品，在摩擦过程的初始平稳阶段能够维持较长的持续时间。随着摩擦时间的延长，弹坑边缘部分被逐渐磨平，导致 TC4 基体与摩擦副直接接触，表面发生粘着和塑性变形，导致摩擦系数迅速上升。此前，Kong 等^[140]测量了超声喷丸在室温下处理的 AZ31 镁合金的摩擦系数曲线，报道了超声喷丸造成的梯度微观结构延缓了分层磨损机理，明显提高了耐磨性。而二次陶瓷喷丸后 TC4 合金的耐磨性有所下降，这是由于在喷丸过程中，陶瓷球高速撞击材料表面时发生碎裂并嵌入材料表面，这在 EDS 中已经证实（图 4-3），在磨损过程中，随着摩擦时间的延长，弹坑边缘部分被逐渐磨平后，与其他喷丸样品不同的是，SP0.51+0.17 样品是 TC4 基体和表面陶瓷残留同时与摩擦副进行接触，由于氧化铝-氮化硅的摩擦系数约为 0.5^[141]，导致样品的摩擦系数升高。最后进行第三次的玻璃喷丸可明显减少表面的陶瓷残留，并继续增加表面硬度，使得弹坑边缘部分被磨平的时间有效延长，而平稳阶段时 SP0.51+0.17+0.1 样品与 SP0.51 样品的摩擦系数相近，这是因为三次喷丸并没有大幅增加表面硬化层的深度。

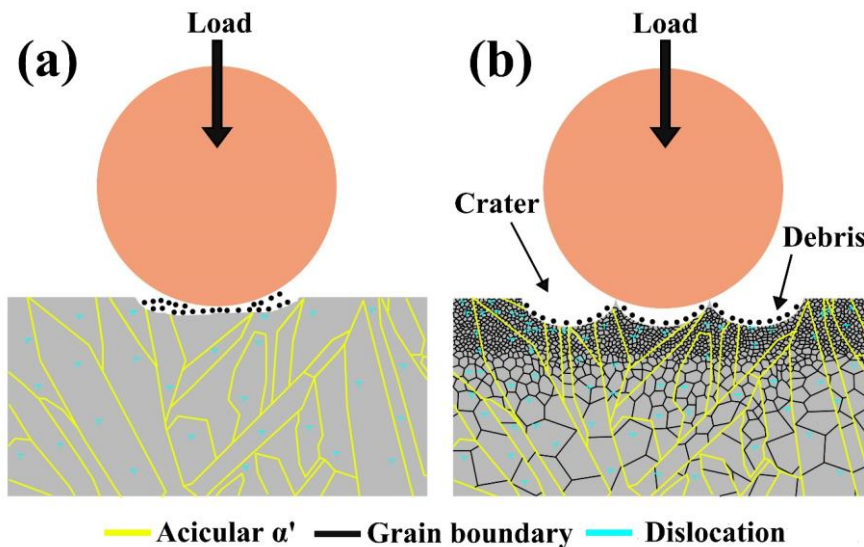


图 5-9 TC4 磨损示意图：(a) AS+M 样品；(b) 喷丸样品

如图 5-4 所示，AS+M 样品的平均摩擦系数最高，随着单次喷丸强度的增加，样品的平均摩擦系数降低。尽管喷丸工艺提高了 TC4 的表面粗糙度，但其造成的加工硬化效果提升了表面抗塑性变形的能力，最终导致平均摩擦系数的降低。与 AS+M 样品相比，喷丸强度为 0.21~0.51 mmA 的样品平均摩擦系数分别降低

了 2.2%、13.5%、15.1%和 27.8%，因此可以推断，当喷丸强度高于一定值时，摩擦系数才会明显降低。而相较于单次喷丸，三次喷丸后的摩擦系数变化不明显。

5.4 喷丸处理对 SLM 成形 TC4 合金疲劳性能的影响

5.4.1 疲劳性能

图 5-10 为 TC4 合金不同喷丸处理前后的疲劳试验结果。结果显示，在最大应力为 500 MPa 时，AS+M 样品的平均寿命为 2.398×10^4 循环。经过单次喷丸处理后，平均疲劳寿命增至 15.457×10^4 循环，是未喷丸样品的 6.4 倍。与单次喷丸样品相比，SP0.51+0.17 样品的平均疲劳寿命进一步提高，达到 23.226×10^4 个循环，是 AS+M 样品的 9.6 倍。然而，SP0.51+0.17+0.1 样品的疲劳寿命较为离散，其三次测试的平均寿命是 AS+M 样品的 8.3 倍，达到 19.938×10^4 个循环。测试结果表明，喷丸处理显著提高了 SLM 成形 TC4 合金的疲劳性能，并且多次喷丸策略比单一喷丸处理在提高材料疲劳寿命方面更为有效。

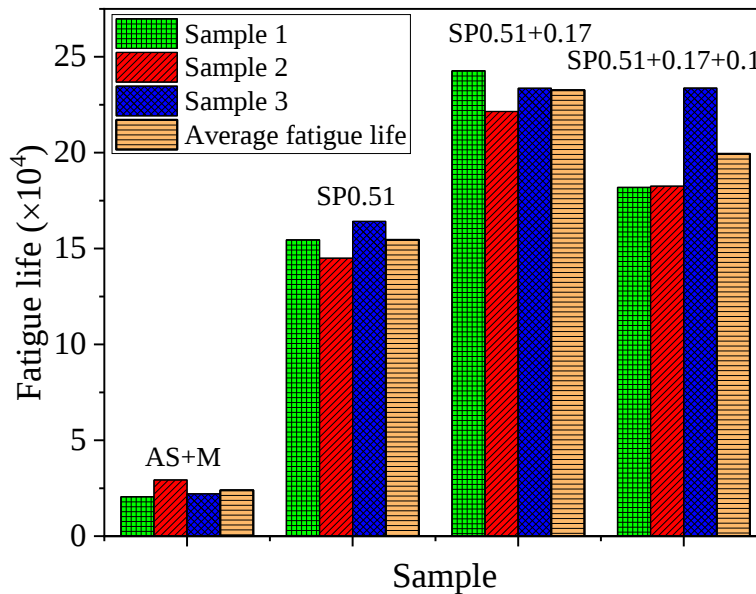


图 5-10 SLM 成形 TC4 合金在最大应力为 500 MPa 时的疲劳寿命

5.4.2 疲劳机理分析

影响喷丸 SLM 成形 TC4 合金疲劳行为的主要因素包括材料表面粗糙度、微观结构、打印缺陷和残余应力^[142, 143]。以下讨论重点探讨这些因素对疲劳性能的具体影响。

一般认为高表面粗糙度对喷丸样品有害，因为它会在循环加载过程中在特定

位置引起应力集中,从而导致疲劳性能降低^[144]。Li 等^[145]建议使用应力集中因子 (K_t) 来反映表面粗糙度对喷丸样品疲劳强度的影响。根据他们的研究, K_t 参数可以通过以下公式确定:

$$K_t = 1 + 2.1 \left(\frac{H}{D} \right) \left(\frac{H}{D} \leq 0.3 \right) \quad (5-2)$$

$$K_t = 1 + 4.0 \left(\frac{H^{1.3}}{D} \right) \left(\frac{H}{D} < 0.15 \right) \quad (5-3)$$

式 (5-2、5-3) 中, H 和 D 分别代表弹坑的平均深度 (谷深) 和直径 (谷宽), 可通过二维表面等高线获取。图 5-11 展示了不同样品的应力集中系数 (K_t)。

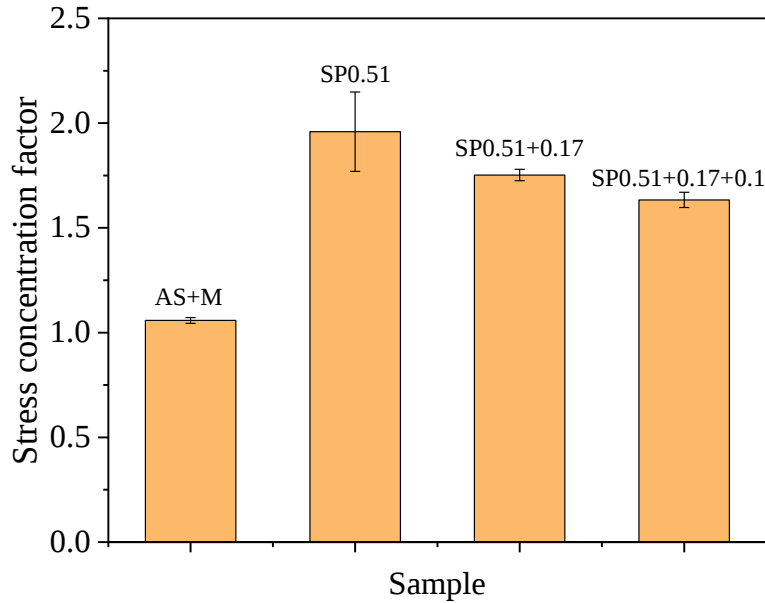


图 5-11 不同样品的应力集中系数 K_t

由图 5-11 可知, K_t 的变化与表 4-1 和图 4-6 所示表面粗糙度的变化保持一致。对于 AS+M 样品, 其相对光滑的表面具有最小的 K_t , 仅为 1.05, 相比之下, 单次喷丸后 SP0.51 样品的 K_t 最高, 为 2.09。这一变化主要是由于喷丸处理产生的弹坑导致表面起伏增大, 进而使得表面粗糙度增加, 影响谷深和谷宽。往往应力集中系数的增大对样品的疲劳性能是不利的^[146]。因此, 降低表面粗糙度成为解决这一问题的关键。经过多次喷丸处理后样品的 K_t 明显降低, SP0.51+0.17 和 SP0.51+0.17+0.1 样品的 K_t 值分别为 1.77 和 1.61。因此, 多次喷丸可以通过降低表面粗糙度进而改善应力集中现象。

喷丸样品表面粗糙度取决于材料的硬度、初始表面粗糙度和喷丸工艺参数, 可以通过调整喷丸参数以及后续机械研磨和抛光等方法来改善^[147, 148]。在本研究

中,通过使用较小的喷丸介质和强度进行多次喷丸处理,明显降低了材料表面的粗糙度。尽管喷丸表面粗糙度增加了应力集中风险,但与未喷丸样品相比,所有喷丸样品的疲劳寿命都明显提高。**Chen** 等^[149]认为,对于 SLM 成形 TC4 合金,表面粗糙度是疲劳寿命的主要限制因素,随着表面粗糙度的增加,疲劳寿命下降。**Bagherifard** 等^[150]研究了再喷丸和后续研磨处理对喷丸样品疲劳性能的影响。研究表明,尽管研磨处理从表面去除了约 $45\text{ }\mu\text{m}$ 厚的强化层,但最佳性能结果仍是由磨削样品获得的。此外,再喷丸后样品的粗糙度与初始喷丸样品相比变化并不大,但再喷丸样品的疲劳强度却提高了 10%。因此,关于喷丸表面粗糙度对材料疲劳性能影响的目前尚无定论。主要是由于在使用多次喷丸或再喷丸、研磨和抛光处理时,样品表面粗糙度的变化会伴随着表面形貌、近表层微结构和残余应力的变化。因此,量化喷丸表面粗糙度对材料疲劳性能的影响较为困难。一些学者指出,表面粗糙度是否对喷丸材料疲劳性能产生负面影响取决于其与残余应力的竞争关系。在具有高机械稳定性的残余压应力的影响下,表面粗糙度的影响通常是次要的,甚至在某些情况下,可能对疲劳性能没有影响^[151]。此外,**Benedetti** 等^[152]认为,当表面粗糙度达到临界值 ($R_a>10\text{ }\mu\text{m}$) 时,其对疲劳的影响变得尤为突出,原因可能是其与表面缺陷产生了协同作用。

TC4 样品的疲劳断口形貌如图 5-12 所示。从左侧整体断口表面上可以清晰地分辨疲劳源区、疲劳裂纹扩展区和瞬断区。对于 AS+M 样品,疲劳裂纹源有多个,且全部在最表面。由于疲劳裂纹起始于表面,因此表层残余应力对材料疲劳性能的影响很大。喷丸引入了高残余压应力到表层中,在受到外部交变载荷作用时,喷丸残余应力对疲劳性能的影响与平均应力相当。因此,残余压应力有助于提高材料疲劳极限。考虑到喷丸残余应力沿深度呈梯度分布,根据 **Goodman**^[153] 和 **Macherauch** 等^[154]的研究,局部疲劳强度沿深度应同样具有梯度分布,且最大局部疲劳强度应位于表下。在这种情况下,表面裂纹会被阻止,其难以扩展到样品的更深层。相反,只有次表面裂纹可以扩展,并导致样品失效^[37]。这一观点得到了图 5-11 的证实。可以看到,SP0.51、SP0.51+0.17 和 SP0.51+0.17+0.1 样品的裂纹起始点分别位于表面下约 105、384 和 $202\text{ }\mu\text{m}$ 处。

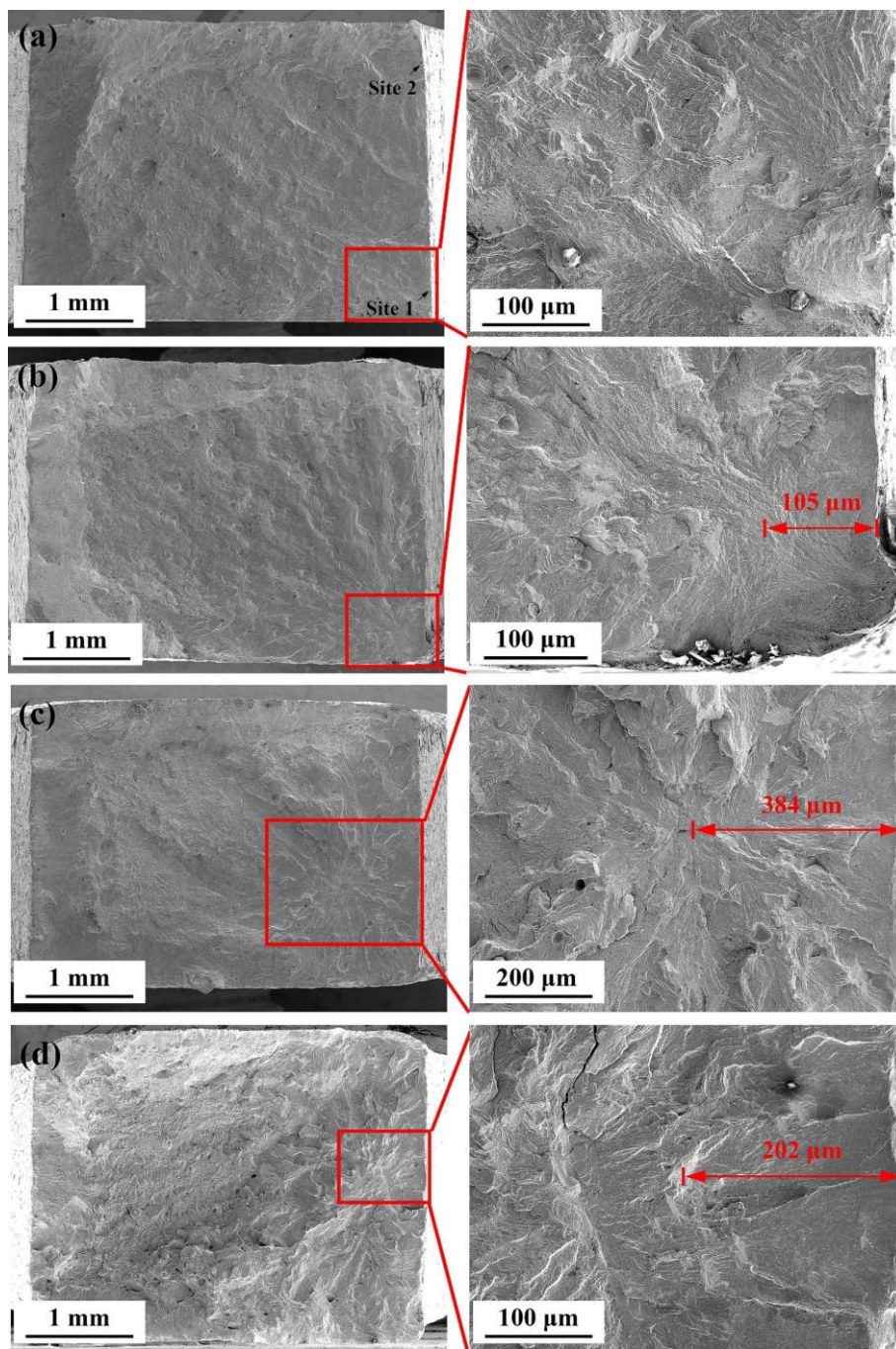


图 5-12 (a) AS+M、(b) SP0.51、(c) SP0.51+0.17、(d) SP0.51+0.17+0.1 样品的疲劳断口 SEM 图像，放大的红色区域表示疲劳源位置。

疲劳断口分析表明，疲劳裂纹起始于次表面样品的疲劳寿命优于裂纹起始于表面样品的寿命，且裂纹源越深，样品疲劳寿命越高。图 5-13 为 SP0.51+0.17 样品在距疲劳源不同距离处的断口形貌。裂纹起始点位于表下约 384 μm 深度处，该深度已超出了喷丸强化的范围。如图 5-13 (a) 所示，疲劳裂纹并非起源于任

何预先存在的打印缺陷。早起裂纹主要是由 β 柱状晶粒中针状 α/α' 马氏体的断裂引起的，疲劳裂纹形成后，容易沿 β 晶粒界面扩展。这种裂纹萌生机制可能与 α/α' 马氏体具有低对称 hcp 晶体结构有关。 α/α' 马氏体具有显著的塑性各向异性，特别是，当 c 轴受到拉伸时，密排面 ($\{0001\}$ 平面) 容易转化为“准解理”面，从而形成早期断裂点^[111]。图 5-13(b) 显示了疲劳源附近小的二次裂纹和疲劳辉纹。图 5-13 (c) 显示的是裂纹扩展区的形貌，这一区域内裂纹较长，应力强度因子范围 (ΔK) 较高。同时，在这一区域可以观察到明显的河流图案、撕裂棱和二次裂纹等特征。图 5-13 (d) 为瞬断区形貌，包含大量由于塑性应变造成的凹坑和微空洞，表现出典型的静态断裂特征。

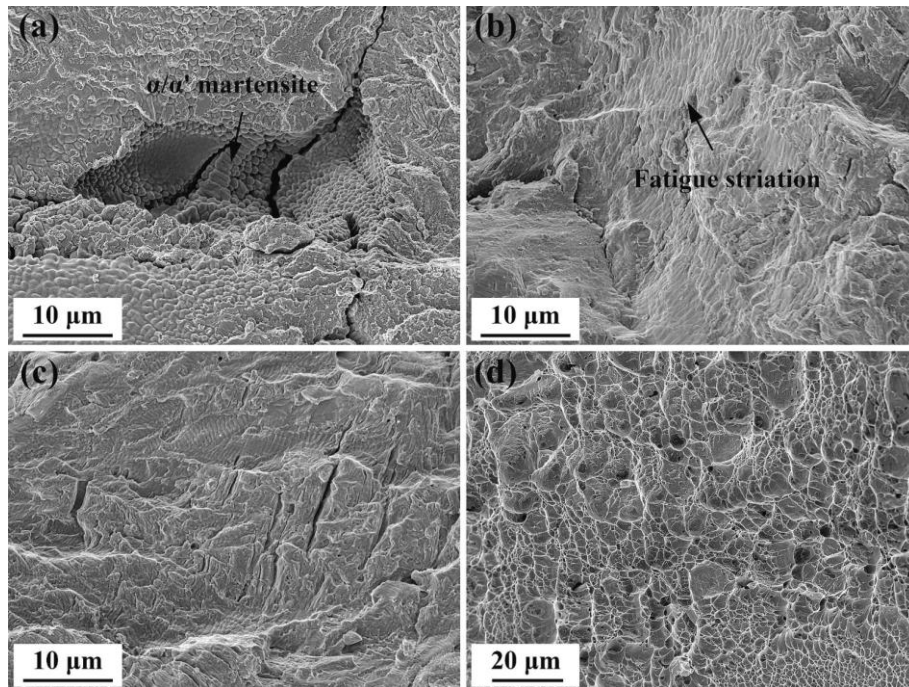


图 5-13 SP0.51+0.17 样品断口形貌：(a) 疲劳裂纹起裂点；(b) 起裂点附近的疲劳裂纹；
(c) 裂纹扩展区和 (d) 最终断口区

一些研究表明，喷丸残余压应力在疲劳加载条件下(特别是在负应力比载荷)会发生松弛，从而影响其强化效果^[155, 156]。因此，检测疲劳过程中或断裂后喷丸样品的残余应力对评估其机械稳定性至关重要。图 5-14 显示了疲劳断裂样品表面残余应力值。可以看到，AS+M 样品断裂后的表面应力为压应力，约为-134.1 MPa。对于 SP0.51、SP0.51+0.17 和 SP0.51+0.17+0.1 样品，在疲劳断裂后，表面残余应力分别为-711.7、-796.6 和-687.9 MPa，分别占初始喷丸状态的 89.3%、

89.8%和 72.5%。这表明，在当前的疲劳加载条件下，喷丸残余压应力的机械稳定性很高。因此，喷丸残余压应力可以有效地降低控制疲劳裂纹扩展的应力强度因子幅度，促进疲劳过程中裂纹闭合。有研究表明，疲劳最大应力和加载周次是影响喷丸残余应力松弛的关键因素^[155]。此外，Hayama 等^[157]发现，喷丸残余应力的稳定性与材料的硬度有关，硬度较高的样品具有更高且更稳定的残余压应力。

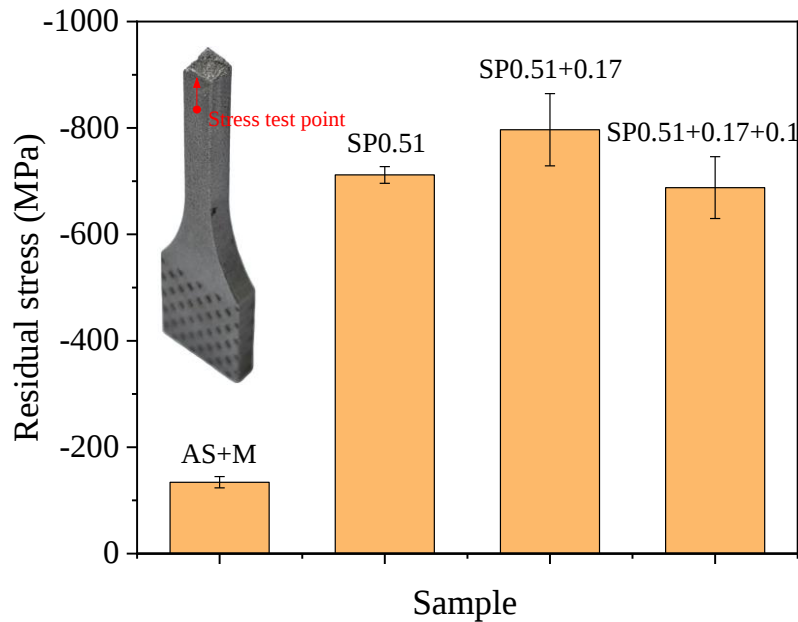


图 5-14 断裂样品的表面残余应力，插图为残余应力的测试点和方向

喷丸强化层的晶粒细化及加工硬化对改善 TC4 合金的疲劳行为同样起着至关重要的作用。如图 4-11 和 4-13 所示，喷丸处理表面表现出细晶粒微观结构，颗粒尺寸在亚微米到纳米级。这种精细的微观结构通过增加位错和晶界等缺陷密度，提高了喷丸表面的硬度和屈服强度。与基材相比，强化层内位错的运动难度增加，因此形成裂纹的难度较大。此外，当基体的位错运动向强化层推进时，会遇到更大的阻力，从而导致位错运动终止^[99, 147, 158, 159]。因此，喷丸强化层在阻止疲劳裂纹萌生和扩展方面起着积极作用

与表面粗糙度引起的应力集中效应类似，打印缺陷，如气孔和未熔合，特别是靠近表面的缺陷，同样是影响 SLM 成型 TC4 合金疲劳性能的关键因素。如图 5-15 (a) 中黑色箭头所示，AS+M 样品（图 5-12 (a) 的点 2）的疲劳裂纹起始于直径约 50 μm 的表面气孔，紧邻气孔处可以观察到许多疲劳辉纹。Kempen 等^[160]人的研究也同样表明，当疲劳加载方向和打印方向一致时，SLM 样品表面的

气孔是主要的裂纹起始点。Benedetti 等^[152]发现，外部平均应力、残余应力和打印缺陷是影响 SLM 成型 TC4 合金疲劳性能的主要因素，其中最大孔径决定材料的疲劳行为。喷丸可以改变最外层孔隙的形状而不是体积。喷丸引入的残余压应力和加工硬化，可以抑制材料外表面最大孔隙的负面影响。Bagherifard 等^[133]研究了表面后处理对 SLM 成形 AlSi10Mg 合金疲劳强度的影响，发现喷丸可以封闭近表面的孔缺陷并在次表面形成高残余压应力。喷丸处理后合金的疲劳强度增加了 270%。因此，可以得出结论：喷丸对 TC4 表面打印缺陷有积极作用，通过抑制孔隙诱导的裂纹萌生，喷丸可以显著提高合金的疲劳性能^[93, 133, 152, 161]。

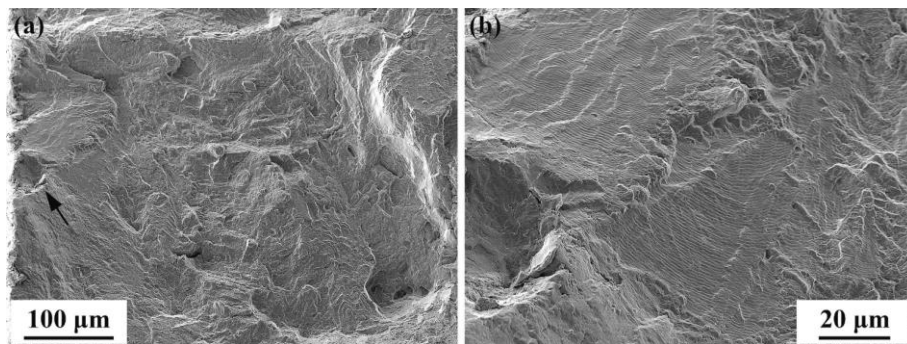


图 5-15 (a) AS+M 样品的疲劳断裂形貌，裂纹起源于表面孔隙；(b) 裂纹起裂点高倍图

总的来说，与单次喷丸相比，多次喷丸处理在提高 SLM 成型 TC4 合金的疲劳性能方面更有效。经多次喷丸处理的样品表面粗糙度更低，表面形貌更加均匀。其次，多次喷丸后合金表面残余压应力值进一步增强，应变硬化水平进一步增加。就表面特性和疲劳性能而言，SP0.51+0.17 和 SP0.51+0.17+0.1 样品的表现较为接近。具体来说，由于额外一轮玻璃丸的冲击，SP0.51+0.17+0.1 样品的表面残余压应力和加工硬化较之 SP0.51+0.17 样品略有增强（但在 50 μm 深度以外二者几乎相同），同时表面粗糙度更低。就疲劳寿命而言，第三次喷丸后样品疲劳寿命结果更加离散，且 SP0.51+0.17+0.1 样品的平均疲劳寿命略低于 SP0.51+0.17 样品。这可能是由于三次喷丸造成的表面损伤效应超过了使用玻璃丸处理带来的额外强化效应，但确切的原因需要进一步研究。

5.5 本章小结

本章通过对喷丸后 SLM 成型 TC4 合金进行显微硬度测试、室温摩擦磨损试验及疲劳性能测试，探究了喷丸处理工艺对 TC4 合金显微硬度、耐磨特性及疲

劳性能的具体影响，并分析这些影响的内在机制。主要得出以下结论：

（1）喷丸处理可以有效提高 SLM 成形 TC4 合金表面的显微硬度。单次喷丸强度越大，显微硬度越高；三次喷丸后的样品的表面显微硬度最大为 460 HV_{0.2}，比未处理样品提高了 19%。

（2）喷丸处理可以提高 TC4 合金的磨损性能。与未喷丸样品相比，喷丸处理后样品的平均摩擦系数和比磨损率均有明显降低。单次喷丸强度越高，平均摩擦系数和比磨损率越低；三次喷丸后样品的平均摩擦系数为 0.333，比磨损率为 4.27 mm³/N m，与未喷丸样品相比平均摩擦系数和比磨损率分别降低了 30.8%和 62%，SLM 成形 TC4 合金的主要磨损机制为磨粒磨损和氧化磨损。

（3）在最大应力为 500 MPa 时，喷丸后 TC4 合金的疲劳寿命比未喷丸提高了 6.4~9.6 倍，且多次喷丸处理比单次喷丸处理的提高更为显著，喷丸样品的疲劳裂纹始终在表面以下萌生。喷丸诱导的表面加工硬化和残余压应力是提高 SLM 成形 TC4 合金疲劳性能的主要因素。在喷丸强化范围之外，初生 β 柱状晶中针状 α/α' 马氏体断裂是引发疲劳裂纹的因素之一。

第 6 章 结论与展望

6.1 本文结论

本文针对 SLM 成形 TC4 合金，分别开展了真空退火和表面喷丸处理研究。具体而言，深入研究了退火温度对 TC4 合金微观组织、残余应力与拉伸性能的影响；研究了不同喷丸工艺对 TC4 合金的表面形貌和粗糙度、残余应力、润湿性、摩擦性能和疲劳性能的影响，并探讨喷丸强化机制。主要得到以下结论：

（1）SLM 成形 TC4 合金打印态组织主要由针状 α' 马氏体和少量 β 相组成。其表现为高强度和低延展性的性能特点，屈服强度为 1190 MPa，延伸率为 2.2%。退火处理可以促使 α' 相转变为 α 相，并消除打印过程造成的残余拉应力。

（2）打印态 TC4 合金经 750 °C 退火 2 h 后，合金的屈服强度降低至 1040 MPa，而延伸率超过 8%。退火温度超过 750 °C 后，TC4 合金的强度和延展性均随着退火温度的升高而下降。强度降低的主要原因是 α' 转变为 α 马氏体和晶粒长大，延展性下降与 (0001) $[11\bar{2}0]$ 滑移系施密特因子的异常变化以及合金内部可动位错的减少有关。

（3）传统单次喷丸处理会提高合金表面粗糙度，例如当喷丸强度达到 0.51 mmA 时，TC4 合金表面粗糙度 Ra 值从 0.19 μm （磨削态）增加至 4.47 μm 。随喷丸强度越高，粗糙度值越大，但采用低喷丸强度+小尺寸弹丸工艺进行多次喷丸可显著降低表面粗糙度。喷丸处理后，合金表面粗糙度增加以及表面自由能降低，进而导致润湿性降低。但所有喷丸 TC4 样品的水接触角均小于 90°，表明其仍具有一定的润湿性。

（4）喷丸处理可以显著细化晶粒，使表层晶粒尺度达到纳米尺度，并呈现由表层向芯部逐渐增大的梯度分布。喷丸后材料表层形成了高水平的残余压应力，其沿深度方向的分布规律表现为先增加后减小，并最后在内部变为拉应力。喷丸强度由 0.21 mmA 增至 0.51 mmA 后，最大残余压应力由 -872.4 MPa 增加至 -929.8 MPa。相较于单次喷丸，多次喷丸处理在材料表面引入更高的残余压应力，三次喷丸（铸钢丸+陶瓷丸+玻璃丸）后的最大残余应力达到 996.9 $\pm$ 23 MPa，且 σ_{mrs} 位

置更趋近于表面，但并未增加喷丸影响层的整体深度。

(5) 喷丸处理可以提升 SLM 成形 TC4 合金的显微硬度，且单次喷丸强度越大，显微硬度值越高。经过三次喷丸后的表面显微硬度最大为 460 HV_{0.2}，较未处理样品提高了 19%。此外，与未喷丸样品相比，喷丸处理后可显著降低材料的平均摩擦系数和比磨损率。三次喷丸后，样品的平均摩擦系数为 0.333，比磨损率为 20.1 mm³/N m，分别降低了 30.8%和 62%。SLM 成形 TC4 合金的主要磨损机制为磨粒磨损和氧化磨损。

(6) 喷丸处理可有效提升 SLM 成形 TC4 合金的疲劳性能，且相比单次喷丸，多次喷丸对合金疲劳寿命的提升幅度更大。尽管喷丸处理会增加合金表面的粗糙度，但在最大应力为 500 MPa 的疲劳条件下，喷丸 TC4 合金的疲劳寿命提高了 6.4 到 9.6 倍。未喷丸样品的疲劳源主要源于表面的打印缺陷，而喷丸样品的疲劳裂纹始终萌生于表下。喷丸诱导的表面加工硬化和残余压应力是提高 SLM 成形 TC4 合金疲劳性能的主要因素。

6.2 研究展望

本研究探讨了退火温度与喷丸处理对 SLM 成形 TC4 合金组织性能的调控机制，为工艺优化提供了理论支撑。基于现有成果，后续研究可从以下方向开展：

(1) 可结合梯度退火、多级热处理或复合热机械处理（如热等静压+喷丸），探究更复杂的工艺组合对 TC4 合金微观组织的协同调控机制，并建立工艺-组织-性能的定量关系模型。

(2) 结合原位疲劳测试、三维裂纹扩展追踪及微区力学表征，明确喷丸引入的残余应力场与微观缺陷的交互作用机制。

(3) 针对 SLM 成形 TC4 合金在极端环境中的应用潜力，需系统评估退火与喷丸处理后材料的长期服役性能，包括氧化动力学、应力腐蚀敏感性及热疲劳行为。

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(04): 44-50.
- [2] 于振涛, 余森, 程军, 等. 新型医用钛合金材料的研发和应用现状[J]. 金属学报, 2017, 53(10): 1238-1264.
- [3] 崔亚迪, 吴志远, 赵军, 等. 钛合金增材制造技术研究及其应用现状[J]. 铸造, 2024, 73(12): 1635-1646.
- [4] 高敬姚. 国内外钛合金研究发展动态[J]. 世界有色金属, 2001, (02): 4-7.
- [5] Parry L, Ashcroft I A, Wildman R D. Understanding the effect of laser scan strategy on residual stress in selective laser melting through thermo-mechanical simulation[J]. Additive Manufacturing, 2016, 12: 1-15.
- [6] Gupta R K, Kumar V A, Mathew C, etc. Strain hardening of Titanium alloy Ti6Al4V sheets with prior heat treatment and cold working[J]. Materials Science and Engineering: A, 2016, 662: 537-550.
- [7] Prasad A V S R, Ramji K, Datta G L. An Experimental Study of Wire EDM on Ti-6Al-4V Alloy[J]. Procedia Materials Science, 2014, 5: 2567-2576.
- [8] Zhu Y, Zou J, Yang H-Y. Wear performance of metal parts fabricated by selective laser melting: a literature review[J]. Journal of Zhejiang University-SCIENCE A, 2018, 19(2): 95-110.
- [9] Zadpoor A A. Mechanical performance of additively manufactured meta-biomaterials[J]. Acta Biomaterialia, 2019, 85: 41-59.
- [10] Maconachie T, Leary M, Lozanovski B, etc. SLM lattice structures: Properties, performance, applications and challenges[J]. Materials & Design, 2019, 183: 108137.
- [11] Plocher J, Panesar A. Review on design and structural optimisation in additive manufacturing: Towards next-generation lightweight structures[J]. Materials &

- Design, 2019, 183: 108164.
- [12] Thijs L, Verhaeghe F, Craeghs T, etc. A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V[J]. *Acta Materialia*, 2010, 58(9): 3303-3312.
- [13] Liu S, Shin Y C. Simulation and experimental studies on microstructure evolution of resolidified dendritic TiC in laser direct deposited Ti-TiC composite[J]. *Materials & Design*, 2018, 159: 212-223.
- [14] Cheng B, Shrestha S, Chou K. Stress and deformation evaluations of scanning strategy effect in selective laser melting[J]. *Additive Manufacturing*, 2016, 12: 240-251.
- [15] Tammas-Williams S, Zhao H, Léonard F, etc. XCT analysis of the influence of melt strategies on defect population in Ti-6Al-4V components manufactured by Selective Electron Beam Melting[J]. *Materials Characterization*, 2015, 102: 47-61.
- [16] Ju J, Zhao C, Kang M, etc. Effect of heat treatment on microstructure and tribological behavior of Ti-6Al-4V alloys fabricated by selective laser melting[J]. *Tribology International*, 2021, 159: 106996.
- [17] Alegre J M, Díaz A, García R, etc. Effect of HIP post-processing at 850 °C/200 MPa in the fatigue behavior of Ti-6Al-4V alloy fabricated by Selective Laser Melting[J]. *International Journal of Fatigue*, 2022, 163: 107097.
- [18] Jiang Q, Li S, Zhou C, etc. Effects of laser shock peening on the ultra-high cycle fatigue performance of additively manufactured Ti6Al4V alloy[J]. *Optics & Laser Technology*, 2021, 144: 107391.
- [19] Slawik S, Bernarding S, Lasagni F, etc. Microstructural analysis of selective laser melted Ti6Al4V modified by laser peening and shot peening for enhanced fatigue characteristics[J]. *Materials Characterization*, 2021, 173: 110935.
- [20] Zhang Y, Lu W, Sun P, etc. Deoxygenation of Ti metal: A review of processes in literature[J]. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 2020,

91: 105270.

- [21] Lu B, Yang F, Shao Y, etc. In-situ tensile deformation behavior of powder metallurgy Ti6Al4V alloys[J]. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2020, 91: 105266.
- [22] Gupta A, Khatirkar R, Singh J. A review of microstructure and texture evolution during plastic deformation and heat treatment of β -Ti alloys[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2022, 899: 163242.
- [23] Zhang X, Chen Y, Hu J. Recent advances in the development of aerospace materials[J]. Progress in Aerospace Sciences, 2018, 97: 22-34.
- [24] Hayat M D, Singh H, He Z, etc. Titanium metal matrix composites: An overview[J]. Composites Part A: Applied Science and Manufacturing, 2019, 121: 418-438.
- [25] Kang L, Yang C. A Review on High-Strength Titanium Alloys: Microstructure, Strengthening, and Properties[J]. Advanced Engineering Materials, 2019, 21(8): 1801395.
- [26] Kolli R, Devaraj A. A Review of Metastable Beta Titanium Alloys[J]. Metals, 2018, 8(7): 506.
- [27] Lin Z, Song K, Yu X. A review on wire and arc additive manufacturing of titanium alloy[J]. Journal of Manufacturing Processes, 2021, 70: 24-45.
- [28] Yang X, Lin B, Zhang H, etc. Influence of stress on the corrosion behavior of Ti alloys: A review[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2024, 985: 173346.
- [29] 谭玉全. 热处理对 TC4 钛合金组织、性能的影响及残余应力消除方法的研究[D]. 重庆: 重庆大学, 2017.
- [30] Mumtaz K A, Erasenthiran P, Hopkinson N. High density selective laser melting of Waspaloy®[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2008, 195(1): 77-87.
- [31] Sames W J, List F A, Pannala S, etc. The metallurgy and processing science of metal additive manufacturing[J]. International Materials Reviews, 2016, 61(5):

315-360.

- [32] Holovenko Y, Kollo L, Saarna M, etc. Effect of lattice surface treatment on performance of hardmetal - titanium interpenetrating phase composites[J]. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2020, 86: 105087.
- [33] Rahmani R, Brojan M, Antonov M, etc. Perspectives of metal-diamond composites additive manufacturing using SLM-SPS and other techniques for increased wear-impact resistance[J]. International Journal of Refractory Metals and Hard Materials, 2020, 88: 105192.
- [34] Murr L E, Esquivel E V, Quinones S A, etc. Microstructures and mechanical properties of electron beam-rapid manufactured Ti-6Al-4V biomedical prototypes compared to wrought Ti-6Al-4V[J]. Materials Characterization, 2009, 60(2): 96-105.
- [35] Ahmed T, Rack H J. Phase transformations during cooling in $\alpha+\beta$ titanium alloys[J]. Materials Science and Engineering: A, 1998, 243(1): 206-211.
- [36] Zhao X, Li S, Zhang M, etc. Comparison of the microstructures and mechanical properties of Ti-6Al-4V fabricated by selective laser melting and electron beam melting[J]. Materials & Design, 2016, 95: 21-31.
- [37] Cao S, Chu R, Zhou X, etc. Role of martensite decomposition in tensile properties of selective laser melted Ti-6Al-4V[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2018, 744: 357-363.
- [38] Xu W, Lui E W, Pateras A, etc. In situ tailoring microstructure in additively manufactured Ti-6Al-4V for superior mechanical performance[J]. Acta Materialia, 2017, 125: 390-400.
- [39] Collins P C, Brice D A, Samimi P, etc. Microstructural Control of Additively Manufactured Metallic Materials[J]. Annual Review of Materials Research, 2016, 46: 63-91.
- [40] Herzog D, Seyda V, Wycisk E, etc. Additive manufacturing of metals[J]. Acta Materialia, 2016, 117: 371-392.

-
- [41] Fang Z-C, Wu Z-L, Huang C-G, etc. Review on residual stress in selective laser melting additive manufacturing of alloy parts[J]. Optics & Laser Technology, 2020, 129: 106283.
 - [42] Vilaro T, Colin C, Bartout J D. As-Fabricated and Heat-Treated Microstructures of the Ti-6Al-4V Alloy Processed by Selective Laser Melting[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2011, 42(10): 3190-3199.
 - [43] Qiu C, Adkins N J E, Attallah M M. Microstructure and tensile properties of selectively laser-melted and of HIPed laser-melted Ti-6Al-4V[J]. Materials Science and Engineering: A, 2013, 578: 230-239.
 - [44] Xu W, Brandt M, Sun S, etc. Additive manufacturing of strong and ductile Ti-6Al-4V by selective laser melting via in situ martensite decomposition[J]. Acta Materialia, 2015, 85: 74-84.
 - [45] Xie Z, Dai Y, Ou X, etc. Effects of selective laser melting build orientations on the microstructure and tensile performance of Ti-6Al-4V alloy[J]. Materials Science and Engineering: A, 2020, 776: 139001.
 - [46] Zheng Z, Jin X, Bai Y, etc. Microstructure and anisotropic mechanical properties of selective laser melted Ti6Al4V alloy under different scanning strategies[J]. Materials Science and Engineering: A, 2022, 831: 142236.
 - [47] Zafari A, Xia K. High Ductility in a fully martensitic microstructure: a paradox in a Ti alloy produced by selective laser melting[J]. Materials Research Letters, 2018, 6(11): 627-633.
 - [48] Zafari A, Barati M R, Xia K. Controlling martensitic decomposition during selective laser melting to achieve best ductility in high strength Ti-6Al-4V[J]. Materials Science and Engineering: A, 2019, 744: 445-455.
 - [49] Xu W, Sun S, Elambasseril J, etc. Ti-6Al-4V Additively Manufactured by Selective Laser Melting with Superior Mechanical Properties[J]. The Journal of The Minerals, Metals & Materials Society (TMS), 2015, 67(3): 668-673.
 - [50] Barriobero-Vila P, Gussone J, Haubrich J, etc. Inducing Stable $\alpha+\beta$

- Microstructures during Selective Laser Melting of Ti-6Al-4V Using Intensified Intrinsic Heat Treatments[J]. *Materials*, 2017, 10(3): 268.
- [51] Leuders S, Lieneke T, Lammers S, etc. On the fatigue properties of metals manufactured by selective laser melting — The role of ductility[J]. *Journal of Materials Research*, 2014, 29(17): 1911-1919.
- [52] Su C, Yu H, Wang Z, etc. Controlling the tensile and fatigue properties of selective laser melted Ti-6Al-4V alloy by post treatment[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2021, 857: 157552.
- [53] Vrancken B, Thijs L, Kruth J-P, etc. Heat treatment of Ti6Al4V produced by Selective Laser Melting: Microstructure and mechanical properties[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2012, 541: 177-185.
- [54] Liu Y, Xu H, Peng B, etc. Effect of heating treatment on the microstructural evolution and dynamic tensile properties of Ti-6Al-4V alloy produced by selective laser melting[J]. *Journal of Manufacturing Processes*, 2022, 74: 244-255.
- [55] Zhang D, Wang L, Zhang H, etc. Effect of heat treatment on the tensile behavior of selective laser melted Ti-6Al-4V by in situ X-ray characterization[J]. *Acta Materialia*, 2020, 189: 93-104.
- [56] Khorasani A, Gibson I, Goldberg M, etc. On the role of different annealing heat treatments on mechanical properties and microstructure of selective laser melted and conventional wrought Ti-6Al-4V[J]. *Rapid Prototyping Journal*, 2017, 23(2): 295-304.
- [57] 崔丽, 武德凡, 杨泽卿, 等. 热处理对 SLM 成形 TC4 合金组织及性能的影响[J]. *北京工业大学学报*, 2023, 49(09): 970-979.
- [58] Ju J, Zhao C, Kang M, etc. Effect of heat treatment on microstructure and tribological behavior of Ti-6Al-4V alloys fabricated by selective laser melting[J]. *Tribology International*, 2021, 159: 106996.
- [59] Mower T M, Long M J. Mechanical behavior of additive manufactured, powder-bed laser-fused materials[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, 651:

- 198-213.
- [60] Siddique S, Imran M, Rauer M, etc. Computed tomography for characterization of fatigue performance of selective laser melted parts[J]. *Materials & Design*, 2015, 83: 661-669.
 - [61] Lv Y, Lei L, Sun L. Influence of different combined severe shot peening and laser surface melting treatments on the fatigue performance of 20CrMnTi steel gear[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2016, 658: 77-85.
 - [62] Li D, Chen H N, Xu H. The effect of nanostructured surface layer on the fatigue behaviors of a carbon steel[J]. *Applied Surface Science*, 2009, 255(6): 3811-3816.
 - [63] Azar V, Hashemi B, Rezaee Yazdi M. The effect of shot peening on fatigue and corrosion behavior of 316L stainless steel in Ringer's solution[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2010, 204(21): 3546-3551.
 - [64] Świetlicki A, Szala M, Walczak M. Effects of Shot Peening and Cavitation Peening on Properties of Surface Layer of Metallic Materials—A Short Review[J]. *Materials*, 2022, 15(7): 2476.
 - [65] Xie B, Gao K. Research Progress of Surface Treatment Technologies on Titanium Alloys: A Mini Review [J]. *Coatings*, 2023, 13(9): 1486.
 - [66] Xie L, Jiang C, Lu W. The influence of shot peening on the surface properties of (TiB+TiC)/Ti-6Al-4V[J]. *Applied Surface Science*, 2013, 280: 981-988.
 - [67] Xie L, Jiang C, Lu W, etc. Investigation on the residual stress and microstructure of (TiB+TiC)/Ti-6Al-4V composite after shot peening[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2011, 528(9): 3423-3427.
 - [68] Zhang X, Zhao Q, Cai Z, etc. Effects of Magnetic Field on the Residual Stress and Structural Defects of Ti-6Al-4V[J]. *Metals*, 2020, 10(1): 141.
 - [69] Hu Z, Xue L, Yang Y, etc. Improved fatigue life of SLM-produced TC4 alloy treated by a pulsed magnetic field[J]. *Materials Today Communications*, 2023, 37: 107160.
 - [70] Wang X, Zhang X, Liu Q, etc. Enhanced Low Cycle Fatigue Properties of Ti-6Al-

- 4V Alloy by Post-treatment Technology of Pulse High-Intensity Magnetic Field[J]. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2023, 32(22): 10029-10038.
- [71] Lin Q, Wei P, Liu H, etc. A CFD-FEM numerical study on shot peening[J]. *International Journal of Mechanical Sciences*, 2022, 223: 107259.
- [72] Wu J, Wei P, Liu H, etc. Effect of shot peening intensity on surface integrity of 18CrNiMo7-6 steel[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2021, 421: 127194.
- [73] Ito T, Kikuchi S, Hirota Y O, etc. Analysis of pneumatic fine particle peening process by using a high-speed-camera [J]. *International Journal of Modern Physics B*, 2010, 24: 3047-3052.
- [74] Könitzer A, Polanetzki H. Implementation of Velocity Measurement as Intensity Verification in Production [C]// *proceedings of the Eleventh International Conference on Shot Peening*, South Bend, IN, F, 2011:12-15.
- [75] 陈明. SAF2507 双相不锈钢喷丸强化及其表征研究[D].上海: 上海交通大学, 2019.
- [76] Segurado E, Belzunce F J, Pariente I F. Effects of low intensity shot peening treatments applied with different types of shots on the fatigue performance of a high-strength steel[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2018, 340: 25-35.
- [77] Llana V, Belzunce F J. Study of the effects produced by shot peening on the surface of quenched and tempered steels: roughness, residual stresses and work hardening[J]. *Applied Surface Science*, 2015, 356: 475-485.
- [78] Bagherifard S, Ghelichi R, Guagliano M. On the shot peening surface coverage and its assessment by means of finite element simulation: A critical review and some original developments[J]. *Applied Surface Science*, 2012, 259: 186-194.
- [79] Sakamoto J, Lee Y-S, Cheong S-K. Effect of surface flaw on fatigue strength of shot-peened medium-carbon steel[J]. *Engineering Fracture Mechanics*, 2015, 133: 99-111.
- [80] Vielma A T, Llana V, Belzunce F J. Shot Peening Intensity Optimization to

- Increase the Fatigue Life of a Quenched and Tempered Structural Steel[J]. *Procedia Engineering*, 2014, 74: 273-278.
- [81] Lundberg M, Peng R L, Ahmad M, etc. Influence of Shot Peening Parameters on Residual Stresses in Flake and Vermicular Cast Irons[J]. *Materials Science Forum*, 2014, 768-769: 534-541.
- [82] Mordyuk B N, Prokopenko G I. Ultrasonic impact peening for the surface properties' management[J]. *Journal of Sound and Vibration*, 2007, 308(3): 855-866.
- [83] Suh C-M, Song G-H, Suh M-S, etc. Fatigue and mechanical characteristics of nano-structured tool steel by ultrasonic cold forging technology[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2007, 443(1): 101-106.
- [84] Zhang Q, Duan B, Zhang Z, etc. Effect of ultrasonic shot peening on microstructure evolution and corrosion resistance of selective laser melted Ti-6Al-4V alloy[J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2021, 11: 1090-1099.
- [85] Zhang X C, Zhang Y K, Lu J Z, etc. Improvement of fatigue life of Ti-6Al-4V alloy by laser shock peening[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2010, 527(15): 3411-3415.
- [86] Kalentics N, Boillat E, Peyre P, etc. 3D Laser Shock Peening - A new method for the 3D control of residual stresses in Selective Laser Melting[J]. *Materials & Design*, 2017, 130: 350-356.
- [87] Kalentics N, Sohrabi N, Tabasi H G, etc. Healing cracks in selective laser melting by 3D laser shock peening[J]. *Additive Manufacturing*, 2019, 30: 100881.
- [88] Kalentics N, Huang K, Ortega Varela De Seijas M, etc. Laser shock peening: A promising tool for tailoring metallic microstructures in selective laser melting[J]. *Journal of Materials Processing Technology*, 2019, 266: 612-618.
- [89] Lu J, Lu H, Xu X, etc. High-performance integrated additive manufacturing with laser shock peening -induced microstructural evolution and improvement in

- mechanical properties of Ti6Al4V alloy components[J]. *International Journal of Machine Tools and Manufacture*, 2020, 148: 103475.
- [90] Takakuwa O, Nakai M, Narita K, etc. Enhancing the durability of spinal implant fixture applications made of Ti-6Al-4V ELI by means of cavitation peening[J]. *International Journal of Fatigue*, 2016, 92: 360-367.
- [91] Sonntag R, Reinders J, Gibmeier J, etc. 4 - Fatigue strengthening of an orthopedic Ti6Al4V alloy: what is the potential of a final shot peening process? [M]//Davim J P. *Biomaterials and Medical Tribology*. Woodhead Publishing. 2013: 217-237.
- [92] Liu Y G, Li M Q, Liu H J. Surface nanocrystallization and gradient structure developed in the bulk TC4 alloy processed by shot peening[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, 685: 186-193.
- [93] Uzan N E, Ramati S, Shneck R, etc. On the effect of shot-peening on fatigue resistance of AlSi10Mg specimens fabricated by additive manufacturing using selective laser melting (AM-SLM)[J]. *Additive Manufacturing*, 2018, 21: 458-464.
- [94] Xu Z, Dunleavy J, Antar M, etc. The influence of shot peening on the fatigue response of Ti-6Al-4V surfaces subject to different machining processes[J]. *International Journal of Fatigue*, 2018, 111: 196-207.
- [95] Klotz T, Delbergue D, Bocher P, etc. Surface characteristics and fatigue behavior of shot peened Inconel 718[J]. *International Journal of Fatigue*, 2018, 110: 10-21.
- [96] He Y, Yoo K-B, Ma H, etc. Study of the austenitic stainless steel with gradient structured surface fabricated via shot peening[J]. *Materials Letters*, 2018, 215: 187-190.
- [97] Damon J, Dietrich S, Vollert F, etc. Process dependent porosity and the influence of shot peening on porosity morphology regarding selective laser melted AlSi10Mg parts[J]. *Additive Manufacturing*, 2018, 20: 77-89.
- [98] Deng Z, Ma J, Yin B, etc. Surface characteristics of and in vitro behavior of osteoblast-like cells on titanium with nanotopography prepared by high-energy

- shot peening[J]. *International Journal of Nanomedicine*, 2014, 9(1): 5565-5573.
- [99] Luo X, Dang N, Wang X. The effect of laser shock peening, shot peening and their combination on the microstructure and fatigue properties of Ti-6Al-4V titanium alloy[J]. *International Journal of Fatigue*, 2021, 153: 106465.
- [100] 蔡雨晴, 胡雄风, 屈盛官, 等. 喷丸强化对 CF53 钢摩擦磨损性能的影响[J]. *机械工程材料*, 2021, 45(05): 27-33+8.
- [101] Yang C, Liu Y G, Shi Y H, etc. Microstructure characterization and tensile properties of processed TC17 via high energy shot peening[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2020, 784: 139298.
- [102] Yang J, Yu H, Yin J, etc. Formation and control of martensite in Ti-6Al-4V alloy produced by selective laser melting[J]. *Materials & Design*, 2016, 108: 308-318.
- [103] Yu H, Li F, Wang Z, etc. Fatigue performances of selective laser melted Ti-6Al-4V alloy: Influence of surface finishing, hot isostatic pressing and heat treatments[J]. *International Journal of Fatigue*, 2019, 120: 175-183.
- [104] Sabban R, Bahl S, Chatterjee K, etc. Globularization using heat treatment in additively manufactured Ti-6Al-4V for high strength and toughness[J]. *Acta Materialia*, 2019, 162: 239-254.
- [105] Xia Y, Zhang Y, Wu T, etc. Deformation twinning caused by warm rolling and secondary recrystallization in twin-roll strip casting Fe81Ga19 alloy[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2022, 922: 166039.
- [106] Kaschel F R, Vijayaraghavan R K, Shmeliov A, etc. Mechanism of stress relaxation and phase transformation in additively manufactured Ti-6Al-4V via in situ high temperature XRD and TEM analyses[J]. *Acta Materialia*, 2020, 188: 720-732.
- [107] Wang Z, Stoica A D, Ma D, etc. Stress relaxation behavior and mechanisms in Ti-6Al-4V determined via in situ neutron diffraction: Application to additive manufacturing[J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2017, 707: 585-592.
- [108] Meng X-K, Zhou J-Z, Su C, etc. Residual stress relaxation and its effects on the

- fatigue properties of Ti6Al4V alloy strengthened by warm laser peening[J]. Materials Science and Engineering: A, 2017, 680: 297-304.
- [109] Wang Y, Zhang Y, Song G, etc. Effect of shot peening on fatigue crack propagation of Ti6Al4V[J]. Materials Today Communications, 2020, 25: 101430.
- [110] Galarraga H, Warren R J, Lados D A, etc. Effects of heat treatments on microstructure and properties of Ti-6Al-4V ELI alloy fabricated by electron beam melting (EBM)[J]. Materials Science and Engineering: A, 2017, 685: 417-428.
- [111] Xu S, Zhang H, Xiao N, etc. Mechanisms of macrozone elimination and grain refinement of near α Ti alloy via the spheroidization of the Widmannstätten structure[J]. Acta Materialia, 2023, 260: 119339.
- [112] Simonelli M, Tse Y Y, Tuck C. Effect of the build orientation on the mechanical properties and fracture modes of SLM Ti-6Al-4V[J]. Materials Science and Engineering: A, 2014, 616: 1-11.
- [113] Ullah R, Lu J, Sang L, etc. Investigating the microstructural evolution during deformation of laser additive manufactured Ti-6Al-4V at 400 °C using in-situ EBSD[J]. Materials Science and Engineering: A, 2021, 823: 141761.
- [114] Ge P, Wang S, Zhang J, etc. Micro-/nanostructures meet anisotropic wetting: from preparation methods to applications[J]. Materials Horizons, 2020, 7(10): 2566-2595.
- [115] Jothi Prakash C G, Prasanth R. Approaches to design a surface with tunable wettability: a review on surface properties[J]. Journal of Materials Science, 2021, 56(1): 108-135.
- [116] Chu F, Wu X. Fabrication and condensation characteristics of metallic superhydrophobic surface with hierarchical micro-nano structures[J]. Applied Surface Science, 2016, 371: 322-328.
- [117] Young T. III. An essay on the cohesion of fluids[J]. Philosophical transactions of the royal society of London, 1805, (95): 65-87.
- [118] Waugh D G, Lawrence J. On the use of CO₂ laser induced surface patterns to

- hr/>
- modify the wettability of poly(methyl methacrylate) (PMMA)[J]. Optics and Lasers in Engineering, 2010, 48(6): 707-715.
- [119] Rudawska A, Jacniacka E. Analysis for determining surface free energy uncertainty by the Owen-Wendt method[J]. International Journal of Adhesion and Adhesives, 2009, 29(4): 451-457.
- [120] Fowkes F M. Attractive forces at interfaces[J]. Industrial & Engineering Chemistry, 1964, 56(12): 40-52.
- [121] Shen X, Shukla P, Swanson P, etc. Altering the wetting properties of orthopaedic titanium alloy (Ti-6Al-7Nb) using laser shock peening[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 801: 327-342.
- [122] Acikbas G, Calis Acikbas N. The effect of sintering regime on superhydrophobicity of silicon nitride modified ceramic surfaces[J]. Journal of Asian Ceramic Societies, 2021, 9(2): 734-744.
- [123] Al-Ruqeishi M S, Mohiuddin T, Al-Amri K, etc. Graphene Surface Energy by Contact Angle Measurements[J]. Arabian Journal for Science and Engineering, 2023, 48(1): 757-762.
- [124] Cassie A, Baxter S. Wettability of porous surfaces[J]. Transactions of the Faraday society, 1944, 40: 546-551.
- [125] Tomczyńska-Mleko M, Nishinari K, Mleko S, etc. Cold gelation of whey protein isolate with sugars in an ultrasound environment[J]. Food Hydrocolloids, 2023, 139: 108510.
- [126] Di Z, Lu G, Yao Y, etc. Regulating material wettability through surface plastic deformation post-processing via friction modification[J]. Tribology International, 2024, 198: 109901.
- [127] Chen M, Jiang C, Xu Z, etc. Experimental study on macro- and microstress state, microstructural evolution of austenitic and ferritic steel processed by shot peening[J]. Surface and Coatings Technology, 2019, 359: 511-519.
- [128] Maleki E, Bagherifard S, Unal O, etc. The effects of microstructural and chemical

- surface gradients on fatigue performance of laser powder bed fusion AlSi10Mg[J]. Materials Science and Engineering: A, 2022, 840: 142962.
- [129] Chen S-G, Zhang Y-D, Wu Q, etc. Effect of solid-state phase transformation on residual stress of selective laser melting Ti6Al4V[J]. Materials Science and Engineering: A, 2021, 819: 141299.
- [130] Zhan Y, Xu H, Du W, etc. Research on the influence of heat treatment on residual stress of TC4 alloy produced by laser additive manufacturing based on laser ultrasonic technique[J]. Ultrasonics, 2021, 115: 106466.
- [131] Liu H, Jiang C, Chen M, etc. Surface layer microstructures and wear properties modifications of Mg-8Gd-3Y alloy treated by shot peening[J]. Materials Characterization, 2019, 158: 109952.
- [132] Ganesh B K C, Sha W, Ramanaiah N, etc. Effect of shotpeening on sliding wear and tensile behavior of titanium implant alloys[J]. Materials & Design (1980-2015), 2014, 56: 480-486.
- [133] Bagherifard S, Beretta N, Monti S, etc. On the fatigue strength enhancement of additive manufactured AlSi10Mg parts by mechanical and thermal post-processing[J]. Materials & Design, 2018, 145: 28-41.
- [134] Lesyk D A, Martinez S, Mordyuk B N, etc. Post-processing of the Inconel 718 alloy parts fabricated by selective laser melting: Effects of mechanical surface treatments on surface topography, porosity, hardness and residual stress[J]. Surface and Coatings Technology, 2020, 381: 125136.
- [135] Bagherifard S, Hickey D J, Fintová S, etc. Effects of nanofeatures induced by severe shot peening (SSP) on mechanical, corrosion and cytocompatibility properties of magnesium alloy AZ31[J]. Acta Biomaterialia, 2018, 66: 93-108.
- [136] Tiwari A, Mishra A K, Kumar A. Influence of scan strategies on wear and tribological performance of Ti-6Al-4V alloy processed by laser powder bed additive manufacturing process[J]. Wear, 2025, 562-563: 205654.
- [137] Kan W H, Bhatia V, Dolman K, etc. A study on novel AISI 304 stainless steel

- matrix composites reinforced with (Nb_{0.75},Ti_{0.25})C[J]. *Wear*, 2018, 398-399: 220-226.
- [138] Zhan K, Wu Y, Li J, etc. Investigation on surface layer characteristics of shot peened graphene reinforced Al composite by X-ray diffraction method[J]. *Applied Surface Science*, 2018, 435: 1257-1264.
- [139] Wu Z, Xing Y, Huang P, etc. Tribological properties of dimple-textured titanium alloys under dry sliding contact[J]. *Surface and Coatings Technology*, 2017, 309: 21-28.
- [140] Kong M, Zang T, Wang Z, etc. A study on the tribological behavior of AZ31 magnesium alloy sheets processed by temperature-assisted ultrasonic shot peening[J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2023, 27: 1223-1241.
- [141] Dotta A L B, Costa C A, Farias M C M. Tribological behavior of alumina obtained by low-pressure injection molding using factorial design[J]. *Tribology International*, 2017, 114: 208-220.
- [142] Singla A K, Banerjee M, Sharma A, etc. Selective laser melting of Ti6Al4V alloy: Process parameters, defects and post-treatments[J]. *Journal of Manufacturing Processes*, 2021, 64: 161-187.
- [143] Önder S, Saklakoğlu N, Sever A. Selective laser melting of Ti6Al4V alloy: Effect of post-processing on fatigue life, residual stress, microstructure, microhardness and surface roughness[J]. *Materials Characterization*, 2023, 196: 112571.
- [144] Bagherifard S, Ghelichi R, Guagliano M. Numerical and experimental analysis of surface roughness generated by shot peening[J]. *Applied Surface Science*, 2012, 258(18): 6831-6840.
- [145] Li J K, Mei Y, Duo W, etc. An analysis of stress concentrations caused by shot peening and its application in predicting fatigue strength [J]. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 1992, 15(12): 1271-1279.
- [146] Wang X, Xu C, Zhai A, etc. Effect of surface stress concentration control and surface material strengthening on the fatigue performance of shot-peened single-

- crystal superalloy[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2023, 933: 167796.
- [147] Unal O, Maleki E, Karademir I, etc. Effects of conventional shot peening, severe shot peening, re-shot peening and precised grinding operations on fatigue performance of AISI 1050 railway axle steel[J]. *International Journal of Fatigue*, 2022, 155: 106613.
- [148] Yao C, Wu D, Ma L, etc. Surface integrity evolution and fatigue evaluation after milling mode, shot-peening and polishing mode for TB6 titanium alloy[J]. *Applied Surface Science*, 2016, 387: 1257-1264.
- [149] Chen Z, Cao S, Wu X, etc. Surface roughness and fatigue properties of selective laser melted Ti-6Al-4V alloy[M]. *Additive Manufacturing for the Aerospace Industry*. Elsevier. 2019: 283-299.
- [150] Bagherifard S, Guagliano M. Fatigue behavior of a low-alloy steel with nanostructured surface obtained by severe shot peening[J]. *Engineering Fracture Mechanics*, 2012, 81: 56-68.
- [151] Fan K, Liu D, Liu Y, etc. Competitive effect of residual stress and surface roughness on the fatigue life of shot peened S42200 steel at room and elevated temperature[J]. *Tribology International*, 2023, 183: 108422.
- [152] Benedetti M, Fontanari V, Bandini M, etc. Low- and high-cycle fatigue resistance of Ti-6Al-4V ELI additively manufactured via selective laser melting: Mean stress and defect sensitivity[J]. *International Journal of Fatigue*, 2018, 107: 96-109.
- [153] Goodman J. *Mechanics applied to engineering* [M]. Longmans, Green, 1919.
- [154] Starker P, Wohlfahrt H, Macherauch E. Subsurface crack initiation during fatigue as a result of residual stresses[J]. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*, 1979, 1(3): 319-327.
- [155] Chen M, Xing S, Liu H, etc. Determination of surface mechanical property and residual stress stability for shot-peened SAF2507 duplex stainless steel by in situ X-ray diffraction stress analysis[J]. *Journal of Materials Research and*

- Technology, 2020, 9(4): 7644-7654.
- [156] Dalaei K, Karlsson B, Svensson L E. Stability of shot peening induced residual stresses and their influence on fatigue lifetime[J]. Materials Science and Engineering: A, 2011, 528(3): 1008-1015.
- [157] Hayama M, Kikuchi S, Tsukahara M, etc. Estimation of residual stress relaxation in low alloy steel with different hardness during fatigue by in situ X-ray measurement[J]. International Journal of Fatigue, 2024, 178: 107989.
- [158] Xu C, Wang X, Geng Y, etc. Effect of shot peening on the surface integrity and fatigue property of gear steel 16Cr3NiWMoVNB at room temperature[J]. International Journal of Fatigue, 2023, 172: 107668.
- [159] Maleki E, Bagherifard S, Razavi N, etc. Fatigue behaviour of notched laser powder bed fusion AlSi10Mg after thermal and mechanical surface post-processing[J]. Materials Science and Engineering: A, 2022, 829: 142145.
- [160] Kempen K, Thijs L, Van Humbeeck J, etc. Mechanical Properties of AlSi10Mg Produced by Selective Laser Melting[J]. Physics Procedia, 2012, 39: 439-446.
- [161] Maleki E, Bagherifard S, Heydari Astaraee A, etc. Application of gradient severe shot peening as a novel mechanical surface treatment on fatigue behavior of additively manufactured AlSi10Mg[J]. Materials Science and Engineering: A, 2023, 881: 145397.

攻读硕士学位期间发表的学位论文目录

- [1] Chen M, Deng W, Liu H, etc. Enhancement of fatigue properties of selective laser melting fabricated TC4 alloy by multiple shot peening treatments [J]. International Journal of Fatigue, 2024, 182: 108215.
- [2] Deng W, Xing S, Chen M. Effect of annealing treatments on microstructure, tensile and wear properties of cold-rolled FeCoCrNiMn high entropy alloy [J]. Journal of Materials Research and Technology, 2023, 27: 3849-59.
- [3] Chen M, Deng W, Wang M, etc. Discontinuous yielding with remarkable Lüders deformation in a duplex stainless steel during tensile deformation at 77 K [J]. Materials Science and Engineering: A, 2023, 875: 145095.
- [4] Zhao Y, Yue Y, Deng W, etc. Effects of post-heat treatments on the microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V alloy fabricated by selective laser melting[J]. Journal of Materials Research and Technology, 2024, 33: 1155-1164.

致 谢

三载研究生时光转瞬即逝。回望这段求学岁月，既有课堂钻研的积淀与科研顿悟的欣喜，也历经文献深读的困惑与实验受阻的焦灼。幸得良师指引，益友同行，他们的智慧与情谊始终如明灯伴我前行。在文章的最后，借此向他们表示真挚的感谢。

最要感谢的是我的导师陈明老师。在陈老师的悉心指导下，我得以顺利完成选题、开题和论文的研究与撰写工作，感谢他如此耐心地提出了许多宝贵的建议，使我的科研之路更加充实、文章更加完整。陈老师严谨的学术态度和优秀的人格魅力，是我今后工作和生活中学习的榜样。

感谢李建生老师、王朦朦老师、龙建周老师和利助民老师在学习和科研上给予我的指导，也感谢在本文完成过程中给予我帮助的其他老师。

感谢的王晓震、刘克张等师兄给予实验开展和进行中的指导与帮助。感谢实验室全体成员的陪伴与支持，共同营造的严肃又活跃的科研氛围，让我的科研生活丰富多彩。感谢我的好友成威、王允杰、张昊、金天、马忠云等在生活上的帮助，愿大家前程似锦、万事顺意！

最后，感谢我的父母和家人对我默默地支持和鼓励，是你们无私的爱，让我能够无忧无虑地完成我的求学之路。