

热处理对激光立体成形 TC11 钛合金组织的影响

黄 瑜^{1,2}, 陈 静¹, 张凤英¹, 林 鑫¹, 黄卫东¹

(1. 西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072)

(2. 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

摘 要:通过对 TC11 钛合金激光立体成形件沉积态和热处理态组织进行对比研究,探索改善 TC11 钛合金激光立体成形组织,提高材料高温综合性能的途径。结果表明,TC11 钛合金的沉积态组织由贯穿多个熔覆层粗大柱状晶和粗大等轴晶组成,原始柱状 β -Ti 晶内的微观组织是由条状 α 和残留 β 组成。沉积态试样在 950 °C 热处理后组织为等轴 α 、条状 α 和 β 转变基体组成的近似三态组织,晶界 α 大部分破碎球化消失,部分未破碎的晶界上镶嵌有 α 集束。粗大 β 晶内等轴 α 的产生与亚晶有关。在 970 °C 热处理后为网篮组织,等轴 α 较少, α 板条有粗化趋势;在 1030 °C 再结晶后再经 950 °C 热处理的组织是由粗大 α 板条组成的魏氏组织,在 α 边界和 α 内部残留有大量细小 β ,晶界 α 基本没有破碎消失。

关键词: TC11 钛合金;激光立体成形;热处理;组织

中图分类号: TG146.2³

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2009)12-2146-05

Ti-6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.25Si (TC11) 是我国开发的可在 500 °C 以下长期使用的 $\alpha + \beta$ 型高温钛合金,具有良好的综合性能,与英国 IMI685 合金性能相当,主要用来制作航空发动机的压气机盘转子叶片以及飞机结构件^[1]。目前制造航空发动机钛合金叶轮、转子叶片等复杂零件的方法主要有铸造加工、粉末冶金、电子束快速成形 (electric beam rapid forming, EBPF) 或激光立体成形 (laser solid forming, LSF) 等。铸造加工工艺存在材料利用率极低、加工困难等问题。对于结构复杂的高性能零件,发展近净成形技术是近年来的发展趋势。在近净成形技术中,粉末冶金需要专门模具,电子束快速成形国内外研究刚刚起步。激光立体成形技术具有材料利用率高、加工零件形状和尺寸不受限、加工速度快等一系列优点,在 TC4、TA15 等钛合金激光立体成形方面相对比较成熟,是制备高性能复杂致密零件的一种理想方法。

长期以来,制作 TC11 钛合金飞机转子叶片等零件的方法主要是锻造加工,用 LSF 技术直接成形 TC11 钛合金复杂零件的方法尚没有文献报道。对与 TC11 钛合金相同类型的两相 $\alpha + \beta$ 合金,瑞典 Acam 公司曾用电子束快速成形的方法制作 TC4 钛合金发动机叶轮^[2];国内西北工业大学也对 TC4、TC21 钛合金复杂零件的 LSF 成形技术进行了长期研究。如陈静等人研究了 TC4 钛合金的激光立体成形特性及熔凝组

织^[3],张霜银等人研究了热处理对激光成形 TC4 钛合金组织及性能的影响^[4],管林等人研究了激光快速成形 TC21 钛合金沉积态组织^[5]。对 500 °C 以下长期使用的 TC11 钛合金,周义刚等人的近净锻造研究表明,由等轴 α 、片状 α 和转变 β 基体组成的双/三态组织综合性能最好^[6];而对 TC4 等钛合金的 LSF 研究表明,激光立体成形沉积态组织大部分是粗大的柱状晶组织,经热处理后难以得到双/三态组织。因此,作为 LSF 技术成形 TC11 钛合金复杂零件的基础研究,能否通过后续热处理工艺得到双/三态组织显得尤为重要。

本实验通过柱状晶/等轴晶转变模型^[7]计算,选择合适的工艺参数制备 TC11 钛合金激光立体成形件,研究不同热处理工艺对沉积态组织的影响,考察能否仅仅通过热处理得到高温综合性能优良的双/三态组织。

1 实 验

本研究是在西北工业大学凝固技术国家重点实验室建立的 LRF-I 型激光立体成形装备上完成。该装备由 RS-850 型 5 kW CO₂ 激光器、LPM-408 四轴三联动数控工作台、JPSF-2 型送粉器和惰性气氛保护箱等组成。

熔覆材料为等离子旋转电极法 (plasma rotate electron powder, PREP) 制备的球形 TC11 钛合金粉末,成分见表 1,粉末平均粒度为 120 μm ,基材为纯 Ti

收到初稿日期: 2009-02-19; 收到修改稿日期: 2009-07-24

作者简介: 黄 瑜,男,1977 年生,硕士生,西北工业大学凝固技术国家重点实验室,陕西 西安 710072,电话: 029-88493940-8031, E-mail: hugh59@hotmail.com

表 1 TC11 钛合金主要成分

Elements	Al	Mo	Zr	Si	Fe	O	Ti
Content	6.2	3.63	1.58	0.27	0.13	0.09	Balance

板材。实验前将 TC11 钛合金球形粉末在 40 ℃ 左右真空条件下烘干，以防止粉末表面水分在熔覆过程中形成氧化膜，并对钛基材表面打磨，用丙酮去除污渍，以减少表面氧化膜、油污等对实验的影响。

图 1 是采用林鑫等^[7]发展的柱状晶/等轴晶转变模型 (columnar to equiaxed transition, CET) 计算的 TC11 钛合金的 CET 曲线。从中可以看出，激光立体成形的实验条件范围与等轴晶形成区域相交面积较少，选择成形工艺参数时，尽可能让工艺参数落在 CET 曲线等轴晶区域内，这样，沉积态组织经热处理后，更容易出现双/三态组织。本实验选择的激光成形工艺参数如表 2 所示。对于热处理制度的选择，TC11 钛合金一般在相变点以下 30~40 ℃ 锻造加工可以得到双/三态组织，而激光立体成形与锻造加工得到的初始组织差异较大，且成形件不能进行预变形，因此，只能参照锻造加工的热处理制度，然后进行分析调整。本实验所选热处理制度如表 3 所示。

2 结果与分析

2.1 沉积态组织形貌特征

图 2 是 TC11 钛合金激光立体成形件的显微组织。从图 2a 中可以看出，成形件的宏观组织由贯穿多个熔覆层粗大 β 柱状晶和等轴晶组成^[3]；由于组织内不同的结晶学取向，宏观组织呈现明暗交替生长的现象。粗大等轴晶的存在会导致热处理时再结晶形核部位增多，使相组织中等轴 α 含量增多。图 2b 是 SEM 观察到的 β 晶内组织。可看出，原始柱状 β -Ti 晶内的微观组织是由大量较细小的条状 α 和残留 β 组成，条状 α 的宽度约 0.2 μm ，长度在 1~8 μm 之间。这是由于激光熔覆过程冷却速率较快，在冷却过程中晶内 α 来不及长大，以细小条状 α 析出，未析出的 β 被保留下来。

2.2 不同热处理制度对组织的影响

图 3 是 9 种不同热处理制度下 TC11 钛合金的金相组织。图 4 是不同热处理制度下 TC11 钛合金晶界变化的金相照片。图 5 为不同热处理制度下 TC11 钛

合金的 SEM 照片。图 3a 显示，在相变点 (1000 ℃ 左右) 以下较低的温度 (850 ℃) 进行热处理时，原始 β 组织中开始发生相变生成细条状 α 和部分等轴 α 。图 3b~3d 显示，TC11 钛合金沉积态组织在 950 ℃ 分别进行 1~2 h 固溶及时效后生成近似双/三态组织 (图 3b, 3c, 图 5a)。晶内细条状 α 长大并且网篮化，原始晶粒及晶界 α 基本破碎 (图 4a)，在未破碎的晶界上可见少量 α 集束 (图 4b)。基于周义刚^[6]等人对该合金进行的近 β 锻造研究表明，这种组织由于等轴 α 均匀分布在网篮组织之间，起着变形协调作用，具有良好的高温综合性能。固溶温度进一步提高至 970 ℃，晶内组织呈现典型网篮状特征 (图 3e, 3f)，晶内条状 α 进一步粗化，等轴 α 数量减少，主要分布在破碎的晶界周围，晶界 α 部分破碎发生球化，部分增厚变粗 (图 4c)。图 3g 则显示，在 970 ℃ 经两次固溶空冷再时效后组织更加均匀 (图 3g, 图 5b)，但在 970 ℃ 延长固溶时间则会让 α 板条显著长大 (图 3h, 图 5c)。

固溶温度进一步提高至相变点以上，在 1030 ℃ 保温 30 min 空冷再经 950 ℃ 固溶 1 h 处理后，柱状晶部分发生再结晶转变成粗大的等轴晶 (图 6)。晶内组织呈现典型的魏氏组织特征， α 板条沿晶界成集束排列。由于热处理时冷却速度较快，大量细小的残留 β 组织被保留下来，均匀分布在初生 α 边界和 α 内部；晶界几乎没有发生断裂，较小的 β 晶粒内部中 α 板条显著

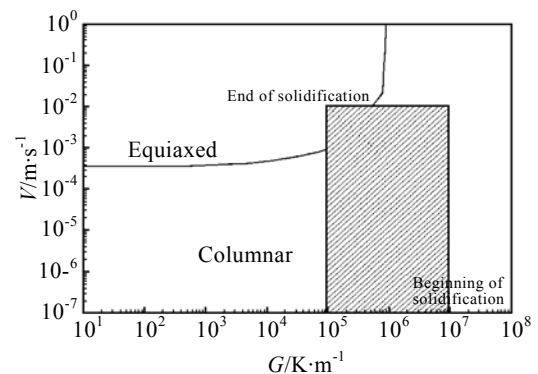


图 1 TC11 钛合金的 CET 曲线，阴影区为激光立体成形的实验条件范围

Fig.1 CET curve of the region of columnar dendrites and equiaxed dendrites, as a function of solidification parameters G and V for TC11 alloy

表 2 激光立体成形工艺参数

Table 2 Processing parameters of laser solid forming

Laser power/W	Scanning velocity/ $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$	Powder feed rate/ $\text{g}\cdot\text{min}^{-1}$	Carrier gas flow rate/ $\text{L}\cdot\text{h}^{-1}$	Constraint gas flow rate/ $\text{L}\cdot\text{min}^{-1}$	Laser beam diameter/mm	Overlapped rate/%	Z/mm
2100~2500	2~10	3~10	150~200	6~10	2.5	30~50	0.3~0.8

表 3 热处理制度

Table 3 Heat treatment process

Process No	Heat treatment process
1 [#]	850 , 1 h, AC
2 [#]	950 , 1 h, AC
3 [#]	950 , 1 h, AC+550 , 6 h, AC
4 [#]	950 , 2 h, AC
5 [#]	970 , 1 h, AC
6 [#]	970 , 1 h, AC+550 , 6 h, AC
7 [#]	970 , 1 h, AC+970 , 1 h, AC+550 , 6 h, AC
8 [#]	970 , 2 h, AC+550 , 6 h, AC
9 [#]	1030 , 0.5 h, AC+950 , 1 h, AC

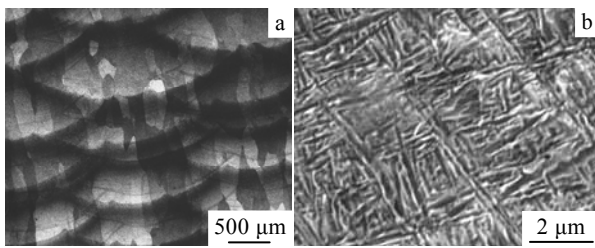


图 2 TC11 钛合金激光立体成形沉积态组织

Fig.2 Microstructures of LSF TC11 alloy: (a) epitaxial columnar β cellular growth and (b) mass α -Ti laths and rudimental β

大于较大的 β 晶粒, 晶内没有等轴 α (图 3i, 图 5d), 这是因为再结晶后晶内组织发生了重排, 凝固残留热应力消失, 在两相区固溶处理时, 没有足够的驱动力使初生 α 板条发生异化转变, 只能保留下来析出形成魏氏组织。

热处理组织中 α 集束的尺寸对 TC11 钛合金高温性能有一定影响。俄罗斯学者研究认为, 组织中含有 20%~30% 等轴 α 并且当 β 晶粒尽可能小, α 域尺寸为 30~50 μm , α 片厚度为 2.5~3.5 μm 时^[8], TC11 钛合金 (俄罗斯类似牌号 BT-9) 的性能才能达到最佳匹配。TC11 钛合金沉积态组织在 950 进行热处理时, α 集束尺寸在 40~150 μm 之间, 大部分尺寸超过 50 μm , 集束内单个 α 板条的厚度在 1.5~2.5 μm 之间(图 7a); 在 970 进行热处理时, α 集束尺寸大部分在 40~60 μm 之间, 域内 α 片厚度在 2 μm 以上(图 7b), 在 970 经均匀化和双退火处理后 (表 2 中 7[#]热处理) 集束内 α 板条变得短小 (图 7c); 在 1030 和 950 进行热处理后, α 板条沿晶界排列形成的集束尺寸在几十至几百微米不等 (图 7d)。因此可知, 在 950 和 970 固溶处理时, α 集束尺寸比较接近俄罗斯学者认为的

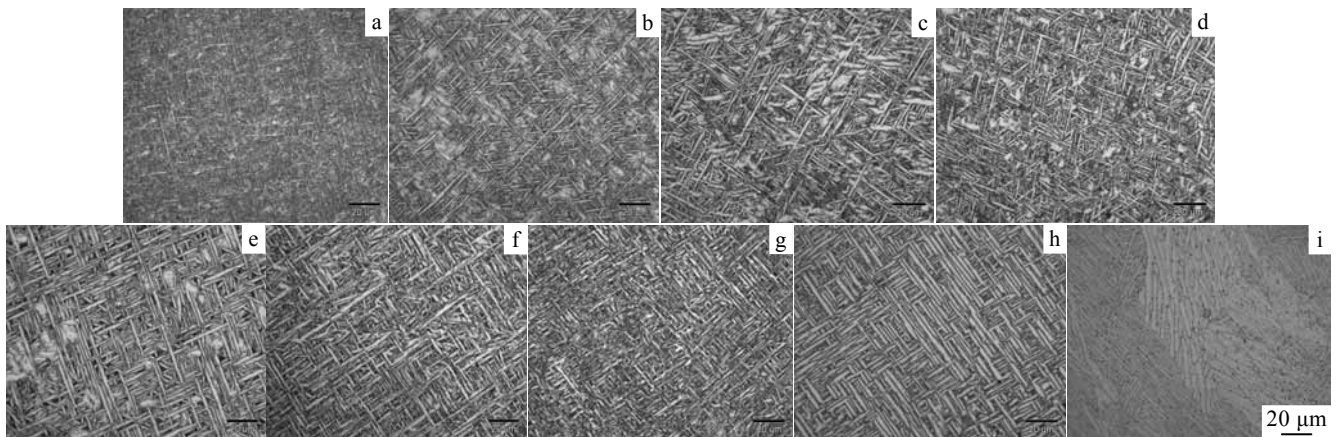


图 3 激光立体成形 TC11 钛合金热处理后的金相照片

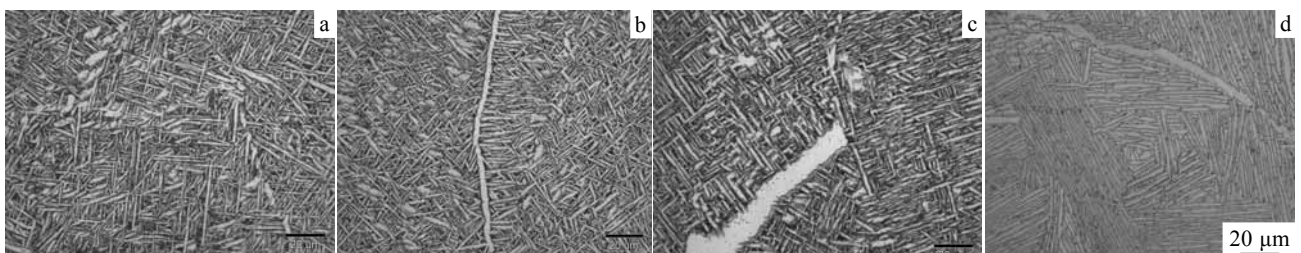
Fig.3 OM images of LSF TC11 alloy under different heat treatments: (a) 1[#], (b) 2[#], (c) 3[#], (d) 4[#], (e) 5[#], (f) 6[#], (g) 7[#], (h) 8[#], and (i) 9[#]

图 4 激光立体成形 TC11 钛合金热处理后晶界变化的金相照片

Fig.4 OM images of grain boundary change of LSF TC11 alloy under different heat treatments: (a) 3[#], (b) 2[#], (c) 6[#], and (d) 9[#]

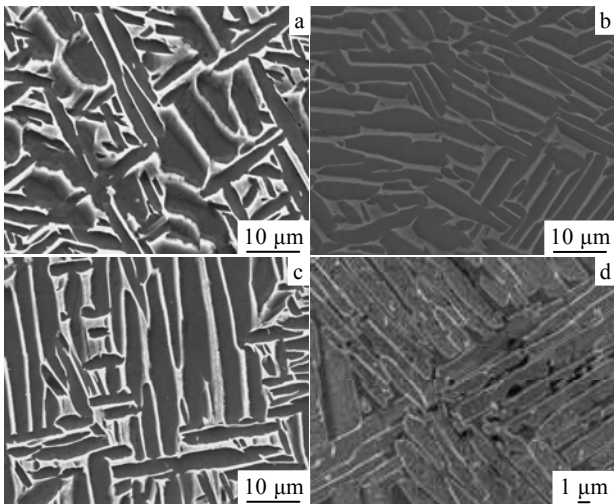


图 5 激光立体成形 TC11 钛合金热处理后 SEM 照片
 Fig.5 SEM images of LSF TC11 alloy under different heat
 Treatments: (a) 3[#], (b) 7[#], (c) 8[#], and (d) 9[#]

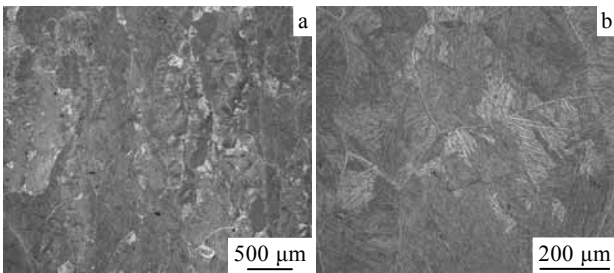


图 6 激光立体成形 TC11 钛合金 9[#]热处理制度下的宏观组织
 Fig.6 OM image of LSF TC11 alloy under heat treatment
 of 9[#]: (a) 50× and (b) 100×

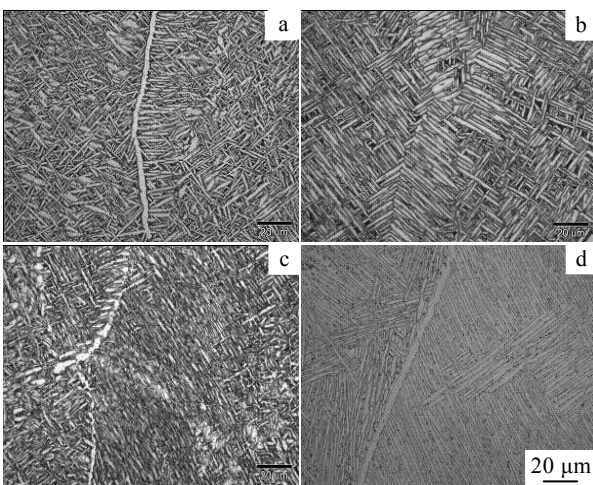


图 7 激光立体成形 TC11 钛合金热处理后 α 集束的变化
 Fig.7 OM image of bunching-α changes of LSF TC11 alloy
 under different treat treatments: (a) 2[#], (b) 6[#], (c) 7[#],
 and (d) 9[#]

最佳组织参数。由于在 970 ℃ 固溶会导致等轴 α 数量减少，因此，可以在 950 ℃ 调整热处理时间使较长的晶界进一步破碎，进而调整 α 集束尺寸，使组织参数达到最佳匹配。

晶界 α 的变化对合金塑性和断裂韧性有很大影响。晶界 α 的断裂能提高合金塑性，而晶界 α 的增厚则会降低塑性。与此同时，晶界 α 的形成及其增厚可使晶界断裂变为晶内断裂，又可提高高温断裂韧性。因此，优化热处理工艺，控制晶界变化，对 LSF TC11 钛合金高温性能有重要意义。热处理后 α 相的粗化和球化机制，国内外已有许多描述该过程的模型^[9-12]，如晶界分裂、片状晶迁移终止、基于 Rayleigh 微动理论建立起来的各种不稳定性理论，还有 N. Stefansson^[13] 基于 Ti-6Al-4V 钛合金研究提出的静态球化机制。在本研究中，TC11 钛合金晶界周围的等轴 α，主要是因为晶界分裂后造成片状组织分离并逐步球化^[14]（图 4a）。对于晶内 α 的球化现象，作者认为与柱状晶内存在一定数量的亚晶有关。与锻造加工预变形产生的应力不同，激光立体成形件中的残余应力是由激光熔池经历快速熔凝变化过程中所产生的不均匀热应力和相变应力引起的。当激光扫描功率较高时（2500 W），热应力较大，从而使成形件在激光成形过程中储存了较多的畸变能。这些相变应力和畸变能，一方面造成位错塞积，在 β 柱状晶内产生一定数量的亚晶并使部分 β 柱状晶断裂成粗大等轴晶（图 2a）；另一方面，在热处理过程中，相变应力和畸变能的共同作用造成了粗大 β 晶和等轴晶界的断裂破碎、球化和亚晶界的球化，从而产生一定数量的等轴 α。

3 结 论

- 1) TC11 钛合金的激光沉积态组织是由贯穿多个熔覆层粗大柱状晶和等轴晶组成；原始柱状 β-Ti 晶内组织是由细小 α 板条和残留 β 组成。
- 2) 沉积态试样在 850~950 ℃ 热处理后可以得到由等轴 α、条状 α 和 β 转变基体组成的近似双/三态组织，晶界 α 大部分破碎球化消失，部分未破碎的晶界上有 α 集束形成；沉积态试样在 970 ℃ 热处理后为网篮组织，等轴 α 较少，晶内和 α 集束内 α 板条较 950 ℃ 有粗化趋势；沉积态试样在 β 相区热处理空冷后再经 950 ℃ 固溶处理的组织是由粗大 α 板条组成的魏氏组织，大量细小残留 β 均匀分布在 α 边界和 α 内部，晶界 α 基本没有破碎消失。
- 3) 粗大 β 晶内等轴 α 的产生与晶内亚晶有关。

- [1] Lana Lineberger. *Titanium Aerospace Alloy Advanced Materials & Process*[J], 1998(5): 45
- [2] Harrysson O, Cormier D. *Advanced Materials and Processes* [J], 2005, 163(7): 72
- [3] Chen Jing(陈 静) *et al. Rare Metals Letters(稀有金属快报)* [J], 2004, 23(4): 33
- [4] Zhang Shuangyin(张霜银) *et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2007, 36(7): 1263
- [5] Zan Lin(咎 林) *et al. Rare Metal Materials and Engineering (稀有金属材料与工程)*[J], 2007, 36(4): 612
- [6] Zhou Y G, Zeng W D, Yu H Q. *Materials Science and Engineering A*[J], 2005, 393: 204
- [7] Lin X, Li Y M, Wang M *et al. Science in China Series E*[J], 2003, 46: 475
- [8] B. K. 亚历山德罗夫 *et al.* Translated by Ning Xinglong(宁兴龙). *Processing of Titanium Alloy Semi-Finished Parts(钛合金半成品加工)*[M]. Xi'an: Rare Metal Materials and Engineering, 1996: 34
- [9] Wu X, Sharman R, Mei J *et al. Materials and Design*[J], 2004, 25: 103
- [10] Malzahn Kampe J C, Courtney T H, Leng Y. *Acta Metall*[J], 1989, 37: 1735
- [11] McLean M. *Met Sci*[J], 1978, 12: 113
- [12] Sharma G, Ramanujan R V, Tiwari G P. *Acta Mater*[J], 2000, 48: 875
- [13] Stefansson N, Semiatin S L, Eylon D. *Metall Mater Trans A*[J], 2003, 34A: 691
- [14] Yang Yi(杨 义) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 2005, 41(7): 713

Influence of Heat Treatment on Microstructure of Laser Solid Forming Ti-6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.25Si Alloys

Huang Yu^{1,2}, Chen Jing¹, Zhang Fengying¹, Lin Xin¹, Huang Weidong¹

(1. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

(2. Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, China)

Abstract: The as-deposited microstructure and heat-treated microstructure of Ti-6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.25Si alloys (TC11) by Laser Solid Forming (LSF) were compared, and approaches to improve LSF microstructure and high-temperature combination properties of TC11 alloys were researched. Results show the as-deposited microstructure of TC11 alloy consists of coarse columnar grains and equiaxed grains throughout cladding layers, and the prior columnar β -Ti grains are composed of lathlike α and residual β . The microstructure of as-deposited samples after 950 °C heat treatment is a similar triplex mixture of equiaxed α , basketweave α lath and transformed β . The majority of continuous prior α boundary is broken, and become spheroidized and illegible; α laths grow up to bunch on some unbroken boundary; the equiaxed α in coarse β grains is related with subgrains. The microstructure after heat treated at 970 °C is a certain basketweave structure consisting of a few equiaxed- α and α laths which have coarsening tendency; the microstructure after recrystallization at 1030 °C followed by 950 °C heat treatment is typical Widmanstätten structure consisting of coarse α laths, and lots of β -Ti is found to separate out inside α and on α boundaries without breaking basically.

Key words: TC11 titanium alloy; laser solid forming; heat treatment; microstructure

Biography: Huang Yu, Candidate for Master, State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, P. R. China, Tel: 0086-29-88493940-8031, E-mail: hugh59@hotmail.com