

激光沉积制造 TC4/TC11 直接过渡界面组织及性能研究

何波¹, 刘杰¹, 杨光^{1,2}, 韦华³

(1. 沈阳航空航天大学, 辽宁 沈阳 110136)

(2. 航空制造工艺数字化国防重点学科实验室, 辽宁 沈阳 110136)

(3. 南京工业大学, 江苏 南京 211800)

摘要: 通过激光沉积制造 (LDM) 技术制备了 TC4/TC11 双合金直接过渡试样, 并对其进行了去应力及固溶时效热处理。采用光学显微镜 (OM)、扫描电子显微镜 (SEM)、万能试验机和硬度计对试样的显微组织和拉伸断口进行了观察, 并对其拉伸性能和显微硬度进行了测试及分析。结果表明, 沉积态 TC4/TC11 双合金过渡处网篮组织差异大, 去应力退火后的组织均匀, 经固溶时效处理后组织粗大且差异明显; 对去应力退火后的试样进行了室温拉伸, TC4/TC11 双合金直接过渡处的抗拉强度与 TC4 抗拉强度相近, TC4/TC11 双合金直接过渡处的塑性低, 拉伸断口为韧性断口, 室温拉伸的断口均断在 TC4 钛合金一侧, 证明了 TC4/TC11 双合金直接过渡界面的性能良好; 对该双合金直接过渡处的组织分析解释了其硬度变化的趋势。

关键词: 激光沉积制造; 钛合金; 显微组织; 拉伸性能; 显微硬度

中图分类号: TG146.23; TB331

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)01-0293-07

激光沉积制造 (laser deposition manufacturing, LDM) 技术是近年来新兴的先进制造技术^[1]。该技术由于可以实现高性能复杂致密零件的快速近净成形, 正逐渐受到国内外钛合金研究者的广泛关注。该技术具有材料利用率高、加工零件形状和尺寸不受限制、加工速度快等一系列优点, 在 TC4、TA15 等钛合金激光沉积制造方面比较成熟, 是制备高性能负载致密零件的一种理想方法^[2-4]。目前的激光沉积制造技术已应用在航空航天大型构件的制造和研究中^[5]。

钛合金具有高的比强度、热强性好、耐腐蚀、与复杂材料的相容性较好等优点, 在航空航天、航海、汽车、医疗器械和运动器材等新兴领域得到了广泛的运用, 尤其在飞机上的用量越来越大^[6,7]。钛合金的组织对力学性能影响大, 钛合金组织形貌一般分为 4 种, 即魏氏组织、网篮组织、双态组织和等轴组织^[8]。Ti-6Al-4V (TC4) 钛合金的使用温度范围较宽 (-196~400 °C), 合金组织和性能比较稳定, 合金化简单。Ti-6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.25Si (中国牌号: TC11, 俄罗斯牌号: BT9)^[9]钛合金是我国开发的可在 500 °C 以下长期使用的高温型钛合金, 对 TC11 钛合金的研究发现, 这种钛合金的性能与英国 IMI685 合金性能相当。

随着航空发动机压气机叶盘全钛化及飞机结构整体化的应用与发展, 对双性能钛合金梯度复合结构提出了明确的需求^[10,11]。梯度复合结构是根据零件不同部位的不同使用环境和性能需要而设计的由两种或两种以上材料组成的一种新型整体性结构^[12-16], 可以充分发挥不同材料的性能优势, 减少零件数量及零件间的装配连接, 提高结构效率, 并起到有效减重的作用, 具有重要的发展前景。而 LDM 技术在梯度复合结构的成形方面具有显著技术优势^[17,18], 针对飞机整体结构不同部位的不同性能要求, 本研究将用激光沉积制造技术制备 TC4/TC11 双合金梯度复合结构。由于 TC11 和 TC4 钛合金性能相近, 采用直接过渡的方式进行 TC4/TC11 双合金的成形, 并对直接过渡界面进行不同的热处理, 观察直接过渡界面的显微组织和力学性能, 为新型结构设计提供基础数据。

1 实验

TC4/TC11 双合金激光沉积制造实验由激光沉积制造系统完成, 该系统包括: 半导体激光器、载气式送粉器、四路同轴送粉头、冷水机、惰性气氛保护箱、氧分析仪等。TC4 和 TC11 钛合金材料的化学成分组

收稿日期: 2018-01-10

基金项目: 国家自然科学基金 (51201161); 辽宁省自然科学基金 (201302411)

作者简介: 何波, 女, 1978 年生, 博士, 副教授, 沈阳航空航天大学机电工程学院, 辽宁 沈阳 110136, 电话: 0086-24-89728683, E-mail: hebo1978@163.com

成如表 1。TC4 和 TC11 钛合金粉末粒度均为 60 ~ 160 μm。实验前,将所有粉末进行真空烘干,温度 100 °C,时间 2 h,以除去可能吸附在粉末表面的水分,成形基材采用锻造 TC4 厚板件,成形前基材表面用砂纸打磨后并用丙酮清洗干净,减少表面杂质对沉积过程中造成的影响。激光沉积工艺参数为:功率 1.8~2 kW,扫描速度为 10 mm/s,光斑直径 3 mm,搭接率 50%,整个实验过程在氩惰性气体氛围下进行。

激光沉积块尺寸为 40 mm×30 mm×142 mm,制备中先沉积 TC4 钛合金粉末,高度为 71 mm,然后在 TC4 沉积块的基础上继续沉积 TC11 钛合金粉末,至 142 mm。对成形后 TC4/TC11 双合金进行不同热处理,

热处理制度如表 2。采用 GX51 OLYMPUS 光学显微镜对不同热处理下的成形件的显微组织进行观察,其中腐蚀剂的体积为:V(HF):V(HNO₃):V(H₂O)= 1:3:100。利用 INSTRON5982 电子万能试验机对去应力处理的试件进行室温拉伸,拉伸试件取样位置如图 1 所示,每处取 3 个试件。随后采用 ZEISS-SIGMA 扫描电子显微镜对拉伸断口形貌进行观察。使用 HVS-1000A 型显微硬度计对不同试样的显微硬度进行测试,加载载荷为 200 g,持续时间为 10 s,硬度值取 3 次的平均值。测试点从 TC4 一侧穿过过渡区到 TC11 一侧,测试点间隔为 100 μm,其中每个试样的 TC4 一侧开始位置记为 0,以便比较不同位置试样的显微硬度。

表 1 钛合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of TC4 and TC11 alloys (wt%)

Alloy	Al	V	Mo	Zr	Si	C	O	N	H	Ti
TC4	5.65	4.02	-	-	-	0.062	0.15	0.015	0.012	Bal.
TC11	5.48	-	3.54	1.57	0.32	0.024	0.02	0.012	0.010	Bal.

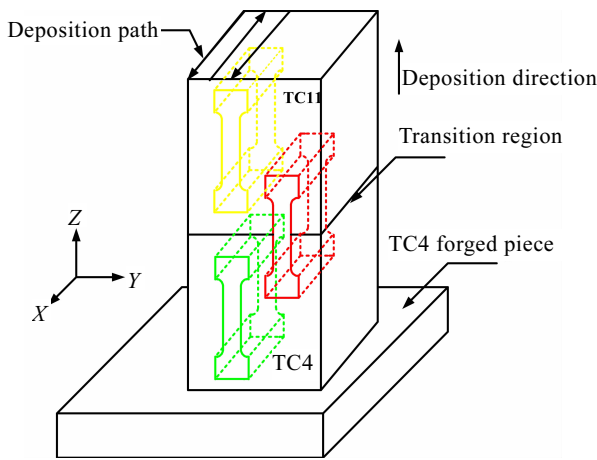


图 1 拉伸试样取样图

Fig.1 Schematic diagram of tensile sample sampling

2 结果与分析

2.1 组织分析

图 2 为试样沉积态显微组织,均为网篮组织。图 2a 为 TC4 钛合金的沉积态组织,α 相主要以 α 片层或 α 丛形式存在,其中 α 片层大小分布不均,长度尺寸为 1 ~ 60 μm,宽度约为 2 μm,局部存在短粗较小的 α 相,组织随机生长,无固定方向。图 2b 为 TC11 钛合金沉积态组织,存在大量细小的针状 α 相。α 相长度尺寸在 1 ~ 10 μm 之间,宽度约为 1 μm。

通过观察图 2c 可以看出,沉积态 TC4/TC11 双合金的过渡处组织明显,TC4 钛合金一侧的 α 相靠近过渡界面处组织越小,而 TC11 钛合金一侧的组织为细小的针状的 α 相,与过渡界面区别小,这与两种合金化学成分以及 β 相转变温度有关。由于 TC4 钛合金中

表 2 热处理制度

Table 2 Heat treatment process

No	Forming technique and status	Heat treatment parameters
1#	Laser deposition manufacturing	AC
2#	Stress relief annealing	550 °C, 2 h, AC
3#	Solution-aging treatment	930 °C, 1 h, AC+550 °C, 2 h, AC

Al 含量高于 TC11 钛合金，Al 是 α 相的稳定元素，因此，激光沉积制造 TC4 钛合金中 α 相的尺寸大于 TC11 钛合金；其次 TC11 钛合金 β 相转变温度高于 TC4 钛合金，导致 TC11 钛合金 β 相高于 TC4 钛合金。

图 3 为试样去应力退火热处理后的显微组织，均为网篮组织。由图 3a 可知，与 TC4 沉积态组织相比，TC4 钛合金去应力退火后的组织方向大致呈 H、G 2 个方向，组织排列整齐。 α 相长度尺寸约为 50 μm ，宽度尺寸约为 2 μm ，长宽比减小， α 片层减少，粗短的 α 相增多。图 3b 为去应力退火后 TC11 钛合金组织，主要以 α 束存在， α 相长大粗化明显，尺寸长度在 1~50 μm 之间，单个 α 板条的宽度约为 1 μm ，长宽比明显高于沉积态的 TC11 钛合金组织。由图 3c 可看出，去应力退火热处理后 TC4/TC11 双合金过渡处组织差异变小，组织分布均匀，主要由长宽比较大的 α 板条组成，较沉积态组织界面区别明显减弱，过渡处组织更加均匀。TC4 钛合金越靠近过渡处一侧组织越大，而在 TC11 钛合金一侧与过渡面的交界处，组织形貌差异不大，均可看到长宽比较大的 α 板条，这也是去应力退火后的室温拉伸断在 TC4 钛合金一侧的原因。

图 4 为试样固溶时效处理后的显微组织，固溶时

效温度高，空冷时间较长，组织长大粗化明显。图 4a 与图 3a 相比，固溶时效处理后的 TC4 钛合金组织，组织长宽比明显减小，而且方向随机。对比图 4b 和图 3b 可以看出，固溶处理后的 TC11 钛合金 α 相尺寸差异大，其中大 α 相尺寸约是小 α 相尺寸的 3 倍，最大的 α 相长度约为 50 μm ，宽度约为 5 μm ，粗大的 α 相增多。通过图 4c 可明显看出 TC4/TC11 双合金过渡处分界明显，尤其是 TC4 钛合金一侧在靠近过渡面处的组织是先增大后减小，且 α 相长短不均，长度尺寸为 2~60 μm ，宽度约为 10 μm ，粗大的 α 相间并夹杂着少量的细小 α 相。TC11 钛合金一侧 α 相明显比 TC4 一侧组织细长，长度为 1~80 μm ，宽度约为 4 μm ，并且可以看出细长的 α 相从 TC11 钛合金一侧延伸至过渡区与其连成一个整体。TC4 钛合金一侧的组织与过渡面呈平行，TC11 钛合金一侧的组织与过渡界面呈垂直，这种现象是由于两种合金化学元素的不同，元素之间相互影响造成的。同时可以看出：过渡区 α 相尺寸小于 TC4 钛合金一侧但明显大于 TC11 钛合金，这是因为固溶温度低于 β 相转变温度，固溶过程中部分 α 相分解，释放出 Al 等 α 相形成元素，这些元素在过渡区重新分布，趋于平衡，而 TC4 钛合金 Al 元素

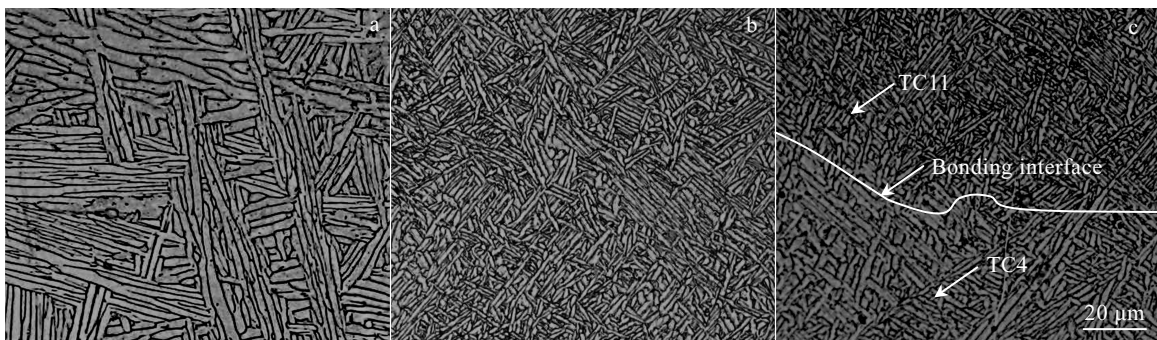


图 2 激光沉积制造 TC4/TC11 合金沉积态显微组织

Fig.2 Laser deposited microstructures of different alloys: (a) TC4, (b) TC11 and (c) TC4/TC11

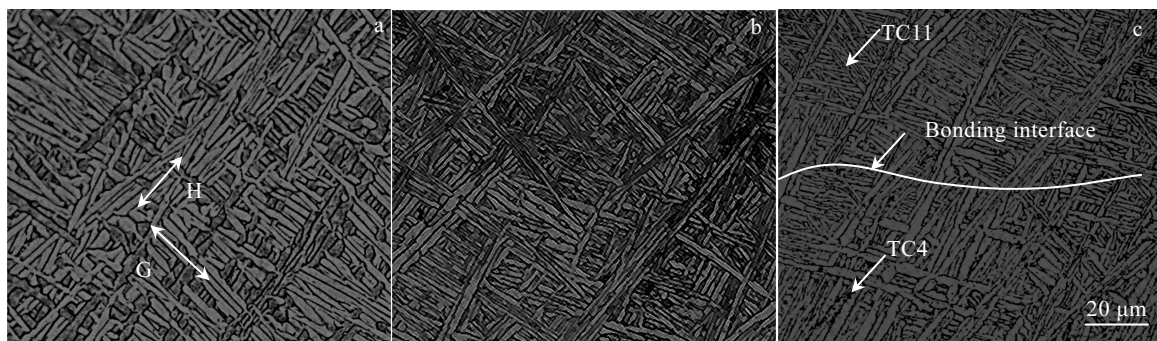


图 3 激光沉积制造 TC4/TC11 合金去应力退火后的显微组织

Fig.3 Microstructures of the LDM TC4/TC11 alloy after stress relief annealing: (a) TC4, (b) TC11 and (c) TC4/TC11

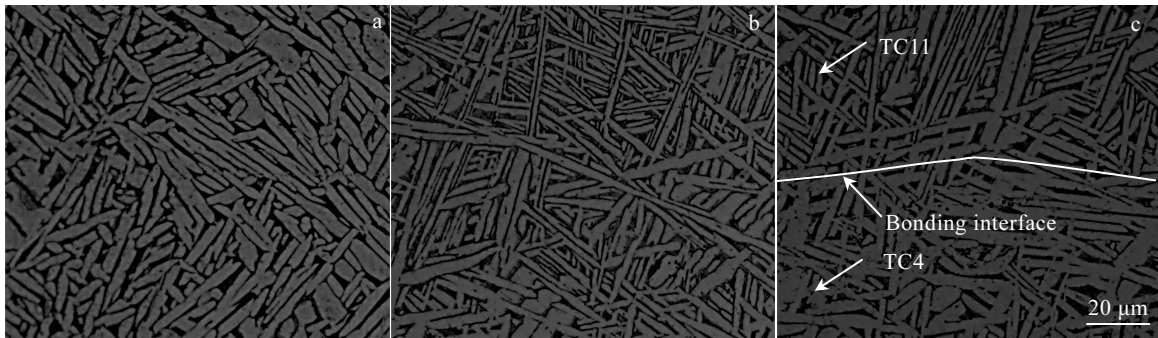


图 4 激光沉积制造 TC4/TC11 合金固溶时效热处理后的显微组织

Fig.4 Microstructures of the LDM TC4/TC11 alloy after aging treatment: (a) TC4, (b) TC11, and (c) TC4/TC11

含量高于 TC11 钛合金，使得重新分布后形成的 α 相尺寸介于二者之间。

2.2 拉伸性能分析

图 5 为应力退火处理后的 TC4/TC11 双合金拉伸断口截面的显微组织，由于 TC4/TC11 双合金试样均断在 TC4 钛合金一侧，所以 TC4/TC11 双合金拉伸断口截面组织与 TC4 钛合金相似。在拉伸方向上， α 片层均被不同程度的拉长，并且越接近拉伸断口的表面现象就越明显，在断口截面附近， α 片层组织与试样的断口截面近似成垂直，试样在断裂前发生较为严重的塑性变形。 α 片层组织的长宽比变化明显，部分 α 片层组织已经发生断裂， α 从整体受力伸长。

表 3 是激光沉积制造钛合金试样去应力退火处理后

的室温拉伸性能。TC11 钛合金试件抗拉强度为 965 MPa，相比 TC4/TC11 双合金过渡处试件高 52 MPa，但是 TC4/TC11 双合金过渡处的抗拉强度仅比 TC4 钛合金小 6 MPa，这与 TC4/TC11 双合金过渡处拉伸断口断在 TC4 一侧现象基本符合。TC4/TC11 双合金过渡处的塑性与 TC4 和 TC11 钛合金相比有所降低。

图 6 是钛合金去应力退火后的室温拉伸断口形貌。从图 6 可以看出，试样断口均由纤维区和剪切唇区组成，断口附近均出现明显的颈缩，而且明显看出有很大很深的韧窝，为典型的韧性断裂。TC4/TC11 双合金试样断在 TC4 钛合金一侧，TC4/TC11 双合金过渡处试件在室温拉伸时的性能与 TC4 钛合金性能接近，说明过渡处不是试样薄弱部位。

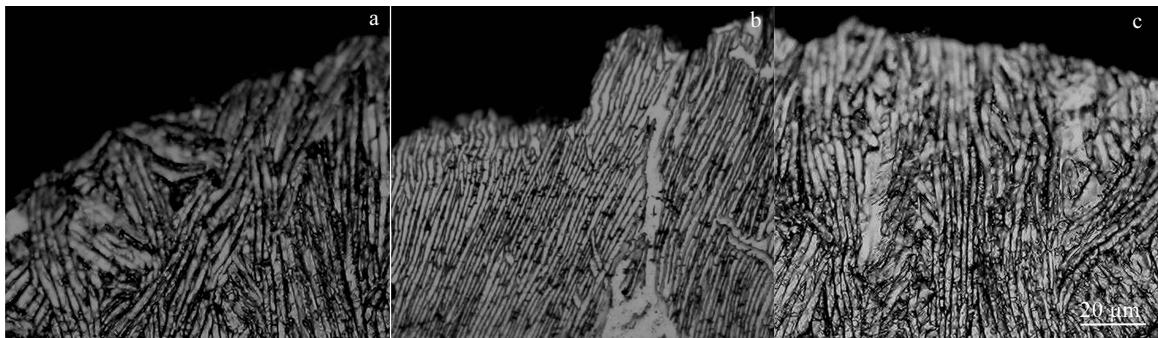


图 5 激光沉积制造 TC4/TC11 钛合金去应力退火后拉伸断口截面组织

Fig.5 Microstructures of tensile fracture sections of LDM TC4/TC11 alloy after stress relief annealing: (a) TC4, (b) TC11, and (c) TC4/TC11

表 3 试样的拉伸性能

Table 3 Tensile properties of the alloys

Alloy	σ_b /MPa	$\sigma_{0.2}$ /MPa	ψ /%
TC4	919.400	863.734	21.91
TC11	965.317	893.017	22.29
TC4/TC11	913.900	867.496	15.37

由图 6 中 a2、b2、c2 可以看出，去应力退火处理后的 TC11 钛合金的等轴韧窝大而深，大韧窝壁上分布有小韧窝，而 TC4 钛合金和 TC4/TC11 双合金韧窝小而浅，且 TC4 钛合金较 TC4/TC11 双合金的韧窝更大而深，这也说明了塑性按照 TC11、TC4、TC4/TC11 依次降低，这与所得力学性能测试结果相符。图 7 为去应力退火的应力-应变曲线。

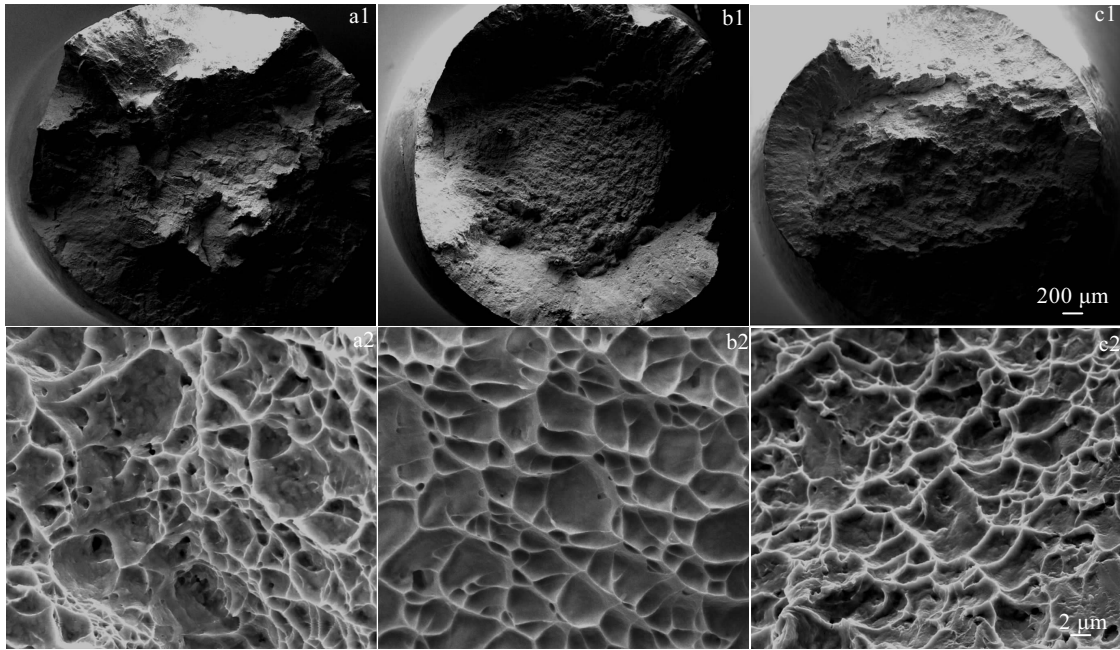


图 6 去应力退火后 LDM TC4/TC11 合金的拉伸断口形貌

Fig.6 Tensile fracture morphologies of the LDM TC4/TC11 alloy after stress relief annealing: (a1, a2) TC4, (b1, b2) TC11, and (c1, c2) TC4/TC11

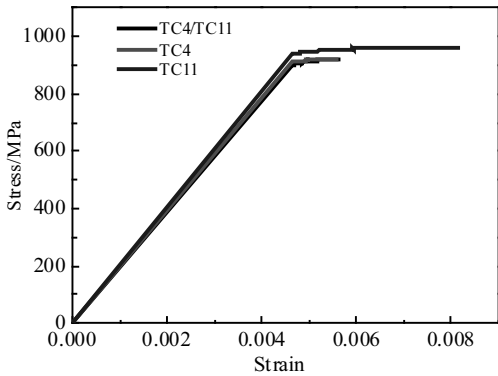


图 7 去应力退火的钛合金应力-应变曲线

Fig.7 Stress-strain curves of the alloy after stress relief annealing

2.3 硬度分析

图 8 是不同热处理状态下的 TC4 钛合金到过渡界面再到 TC11 钛合金一侧的硬度曲线。可以看出，从 TC4 钛合金一侧经过过渡区到 TC11 钛合金一侧硬度呈现上升的趋势；经去应力退火后的 TC4/TC11 双合金，两侧硬度差异较沉积态和固溶时效的小；固溶时效处理后的 TC4/TC11 过渡区合金硬度明显比沉积态和去应力退火后的高。

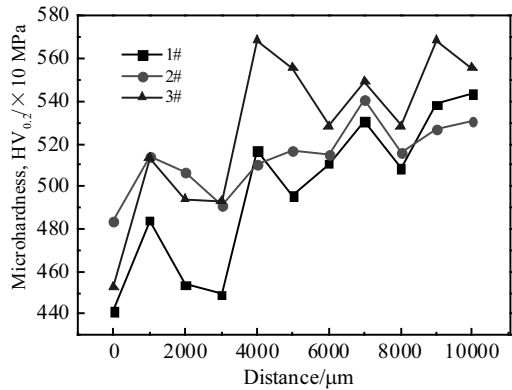


图 8 不同热处理制度处理合金的显微硬度分布

Fig.8 Micro-hardness distribution of the alloy after different heat treatments

由图 2c、3c、4c 可知，TC4 钛合金一侧组织为粗大的网篮组织，TC11 钛合金一侧组织为较细小的网篮组织，粗大的组织导致试样硬度降低，因此 TC4 一侧硬度值低于 TC11 钛合金硬度。不同热处理后的平均显微硬度如表 4 所示，TC4/TC11 双合金过渡区的硬度在 TC4 和 TC11 钛合金之间。TC4/TC11 双合金沉积态的显微硬度变化最为明显，这与沉积态组织区别明显有关，去应力退火后的显微硬度变化差异小，这与去应力退火后的显微组织分布差异小有关。

表 4 不同热处理试样的平均显微硬度

Table 4 Average micro-hardness of alloys with different heat treatments ($\times 10$ MPa)

No.	TC4	TC11	TC4/TC11
1#	477.075	527.250	507.633
2#	489.875	530.270	518.700
3#	496.175	556.350	550.833

3 结 论

1) 激光沉积制造 TC4/TC11 双合金, 过渡区的沉积态和固溶时效组织中 TC4 一侧的始终比 TC11 一侧组织粗大, 而去应力退火后的组织均匀。TC4/TC11 双合金组织由沉积态到去应力再到固溶时效呈增大趋势。其中固溶时效组织, 在过渡界面两侧 TC4 与 TC11 组织呈垂直关系。

2) 激光沉积制造去应力室温拉伸断口均由纤维区和剪切唇区构成, 韧窝较深, 塑性好。TC4/TC11 双合金过渡处的抗拉强度接近 TC4 的抗拉强度。TC4/TC11 双合金过渡处的拉伸断口均断在了 TC4 钛合金一侧, 说明过渡界面不是该 TC4/TC11 双合金的薄弱环节。

3) 激光沉积制造 TC4/TC11 双合金的显微硬度从 TC4 钛合金到过渡界面最后到 TC11 钛合金显微硬度依次上升, TC4/TC11 双合金过渡界面的显微组织硬度始终介于 TC4 和 TC11 钛合金之间; 沉积态和固溶时效的显微硬度曲线波动明显, 去应力组织的显微硬度的曲线平稳。

参考文献 References

- [1] Nobuki M, Hashimoto K, Tsujimoto K *et al. Journal of Applied Physics*[J], 1986, 50(9): 840
- [2] Srinivasu G, Natraj Y, Bhattacharjee A *et al. Materials and Design*[J], 2013, 47: 323
- [3] Niinomi M, Kobayashi T. *Materials Science & Engineering A*[J], 1998, 100: 45
- [4] Donachie M J. *Titanium: A Technical Guide (2nd Edition)*[M], USA: ASM International, 2000: 1
- [5] Huang Yu(黄 瑜), Chen Jing (陈 静), Zhang Fenglan (张凤英) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2009, 38(12): 2146
- [6] Welsch G, Boyer R, Collings E W. *Materials Properties Hand-book: Titanium Alloys*[M], Detroit: ASM International 1994
- [7] E Msaawad, Y Sano, L Wagner *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2012, 536: 82
- [8] Zhang Shuangyin(张霜银), Lin Xin(林 鑫), Chen Jing(陈 静) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2007, 36(7): 1263
- [9] Zhu Yanyan, Li Jia, Tian Xiangjun *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2014, 607: 427
- [10] Li Yong (李 永), Song Jian (宋 健), Zhang Zhimin (张志民). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2005, 34(5): 178
- [11] Zhang Yongzhong (张永忠), Liu Yantao (刘彦涛), Cao Ye (曹 晔). *Aeronautical Manufacturing Technology*(航空制造技术)[J], 2015(10): 44
- [12] Liu Jiantao (刘建涛), Lin Xin (林 鑫), Lv Xiaowei (吕晓卫) *et al. Acta Metallurgica Sinica* (金属学报)[J], 2008, 44(8): 1006
- [13] Qian Tingting, Liu Dong, Tian Xianjun, Liu Changmeng *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2014, 24: 2729
- [14] Liu Yingying (刘莹莹), Lin Xin(林 鑫), Yang Haio (杨海鸥) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2014, 43(9): 2197
- [15] Liu Yingying (刘莹莹), Yao Nuan(姚 暖), He Lei(何 磊) *et al. Chinese Scientific Papers* (中国科技论文)[J], 2014, 9(2): 234
- [16] Britta Schramm, Hans Albert Richard, Gunter Kullmer. *Engineering Fracture Mechanics*[J], 2016, 167: 188
- [17] Yang Mocong (杨模聪), Lin Xin(林 鑫), Xu Xiaojing (许小静) *et al. Acta Metallurgica Sinica* (金属学报)[J], 2009, 45(6): 730
- [18] Zhang Shuangyin(张霜银), Lin Xin(林 鑫), Chen Jing (陈 静) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2009, 38(5): 774

Microstructure and Properties of Direct Transition Interface of TC4/TC11 Fabricated By Laser Deposition Manufacturing

He Bo¹, Liu Jie¹, Yang Guang^{1,2}, Wei Hua³

(1. Shenyang Aerospace University, Shenyang 110136, China)

(2. Key Laboratory of Fundamental Science for National Defense of Aeronautical Digital Manufacturing Process, Shenyang 110136, China)

(3. Nanjing Tech University, Nanjing 211800, China)

Abstract: TC4/TC11 direct-transition alloy samples were prepared by laser deposition manufacturing, and the stress relief and solution aging heat treatments were carried out. The microstructure and tensile fracture were observed using optical microscope (OM), scanning electron microscopy (SEM) and universal testing machine; then the tensile properties and hardness were tested and analyzed. The results show that the basket-weave microstructures of two sides of the deposited TC4/TC11 differ greatly; the microstructure is much more uniform after stress relieving while the microstructure is coarser after solution-aging. After the tensile tests at ambient temperature on the stress-relieved samples, the minimum tensile strength of TC4/TC11 is located at the direct transition zone, which is close to that of TC4. TC4/TC11 has a low plasticity at the direct transition zone. The fracture sections at room temperature are all on the side of TC4 titanium alloy, which proves that the direct transition interface of TC4/TC11 has good properties. The microstructure analysis of the direct transition zone explains its micro-hardness variation.

Key words: laser deposition manufacturing; titanium alloy; microstructure; tensile property; micro-hardness

Corresponding author: Wei Hua, Ph. D., Professor, Institute for New Materials, Nanjing Tech University, Nanjing 211800, P. R. China, Tel: 0086-25-83587260, E-mail: hwei20160519@njtech.edu.cn