

Fe 含量对激光立体成形 TC4 合金组织性能的影响

石磊, 雷力明, 付鑫, 杨阳, 付俊

(中国航发上海商用航空发动机制造有限责任公司, 上海 201306)

摘要: 研究了 Fe 含量 (0.026%, 0.18%, 质量分数) 对激光立体成形 TC4 合金组织及拉伸性能的影响。对沉积态及固溶时效处理后的组织进行了分析: 2 种 Fe 含量下, 沿沉积方向组织均为由贯穿多个熔覆层的 β 柱状晶组成, 内部为魏氏组织且晶界处有较小的 α 集束; 固溶时效处理后, 随着 Fe 含量增加, 沿沉积方向组织由粗大的柱状晶转变为细小柱状晶, 发生了明显再结晶。热处理后试样室温拉伸性能均高于锻件标准要求, 沿沉积方向拉伸性能随 Fe 含量升高而升高, 而 Fe 含量对垂直于沉积方向上拉伸强度影响不大。

关键词: 激光立体成形; TC4; Fe 含量; 拉伸性能

中图分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)05-1674-07

激光立体成形技术 (laser solid forming, LSF) 是从 20 世纪 90 年代初期发展起来的一项先进制造技术, 能够实现高性能复杂结构金属零件的无模具、快速、全致密近净成形^[1]。该技术的基本原理是, 将零件的三维形状转换成一系列的二维层片信息, 在数控系统的控制下, 用同步送粉激光熔覆的方法将金属粉末材料逐层熔化成形。

TC4 合金因其优越性能而大量应用于航空航天领域, 但其高成本、热成形及机加工困难等特点, 使得利用激光立体成形技术制备 TC4 合金零件得到了广泛的关注。针对 LSF 成形工艺及后续热处理制度对 TC4 合金组织及性能的影响已有大量研究^[2-9]。激光功率、扫描速度、搭接率等工艺参数显著影响 LSF 成形 TC4 合金组织形貌^[2-5], 高功率下宏观组织由粗大的柱状晶、竹节状的小柱状晶和等轴晶 3 部分组成, 中低功率下主要为贯穿多个熔覆层呈外延生长的粗大柱状晶^[4]; 过低的搭接率将造成层间缺陷增多, 成形质量差^[5]。对于 LSF 成形 ($\alpha+\beta$) 型钛合金而言, 热处理工艺主要有去应力退火和固溶时效处理^[6-9]: 去应力退火处理对合金强度和塑性提高较少, 固溶时效处理能显著提高合金综合力学性能^[6]; 热处理温度在 β 转变温度以下时, 主要调整 α 相分布、尺寸及形貌, 而很难改变 β 晶粒形貌^[7,8], 若温度接近或者高于 β 转变温度时, LSF 成形 TC4 组织会发生再结晶, 初生 β 柱状晶转变为球状晶^[9]。

目前 LSF 成形工艺 (激光功率、扫描速度、搭接率等) 及热处理工艺对 TC4 合金组织及性能的影响规

律有了清晰的认识, 对 LSF 技术制备 TC4 合金零件具有显著推动作用。但除 LSF 成形及后续热处理工艺外, 金属粉末是激光立体成形工艺的原材料, 其粉末特性 (如化学成分、粒度分布等) 也将是影响 LSF 成形 TC4 合金力学性能的重要因素。对于铸锻造的钛合金, 合金成分的微调对力学性能有显著影响^[10-14]。TC4 合金室温抗拉强度随 Fe 含量增加 (0.04%~0.26%) 而增加^[10,11], Fe 在 β 相中的富集程度也随 Fe 含量增加而增加^[11], 强化固溶强化效果, 提高合金拉伸强度; 而对于高温性能 ($>350\text{ }^{\circ}\text{C}$), 提高 Fe 含量降低合金的蠕变性能^[11-13], 主要是由于 Fe 具有加速扩散作用, 加速了基体内原子和界面的运动, 提高蠕变速率^[14]。

LSF 技术利用激光逐层熔化粉末而成形, 其成形后的组织特征 (组织形貌、残余应力等) 迥异于传统铸锻造钛合金的组织, Fe 对铸锻造钛合金组织及性能影响规律是否适用于 LSF 成形组织有待验证。目前, 关于 Fe 对 LSF 成形 TC4 合金组织性能影响研究较少。对此, 本实验采用两种粒度分布相近、Fe 含量不同的 TC4 粉末, 利用 LSF 技术制备对比试块, 分析 Fe 含量对 LSF 成形 TC4 合金组织及力学性能的影响, 为 TC4 金属粉末成分优化设计提供参考。

1 实验

实验用基板为厚度为 20 mm 的 TC4 基板, 成形前对基材表面清洗。实验用粉末为等离子旋转离心雾化法 (plasma rotating electrode process, PREP) 制备的 TC4 合金粉末, 粒度范围为 45~180 μm , 主要成分如

收稿日期: 2019-05-16

基金项目: 国家重点研发计划 (2017YFB1103803, 2017YFB1103004)

作者简介: 石磊, 男, 1990 年生, 博士, 中国航发上海商用航空发动机制造有限责任公司, 上海 201306, E-mail: zxhs12008@163.com

表 1 所示。为避免粉末粒度分布差异对实验结果的影响,实验前对粉末进行筛粉处理,并用激光粒度分析仪对粉末粒度分布进行表征,粉末形貌及粒度分布如图 1 所示。为了避免材料受潮,降低粉末颗粒流动性,实验前对粉末进行了 2 h 的烘干处理。

采用西安铂力特 C1000 激光立体成形设备,该设备配备最大功率为 4000W 的 Yb-fibre 激光器,成形过程中采用高纯氩气保护,成形过程含氧量控制在 50 μg/g 以下。激光扫描策略采用第 $N+1$ 层与第 N 层扫描线之间的旋转角度为 90° (图 2a),成形参数如表 2 所示。成形后试样按照 (930±10) °C, 2 h 空冷+550 °C, 4 h 空冷进行固溶时效处理。

采用金相显微镜 (OM) 对沉积态和热处理态试样组织进行观察分析。对热处理态后试样,按图 2b 所示,沿沉积方向 (纵向试样) 和垂直于沉积方向 (横向试样) 取样加工成拉伸试样,在 Instron 5982 电子万能试验机,按照 ASTM E8 标准要求进行试验,所得的拉伸性能数据为 3 个试样的平均值。用扫描电镜 (SEM) 对拉伸断口进行观察。

表 1 TC4 粉末化学成分

	powder (ω%)							
	Al	V	Fe	O	C	H	N	Ti
Low-Fe	6.42	4.15	0.026	0.16	0.008	0.002	0.005	Bal.
High-Fe	6.29	4.24	0.18	0.14	0.008	0.002	0.004	Bal.

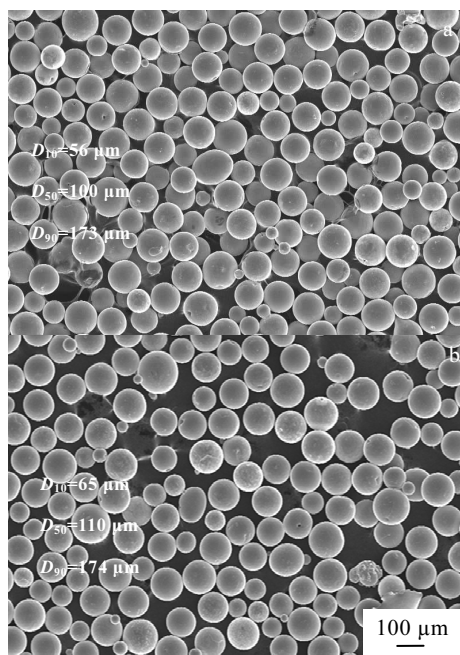


图 1 粉末形貌照片

Fig.1 SEM images of the low-Fe TC4 powders (a) and the high-Fe TC4 powders (b)

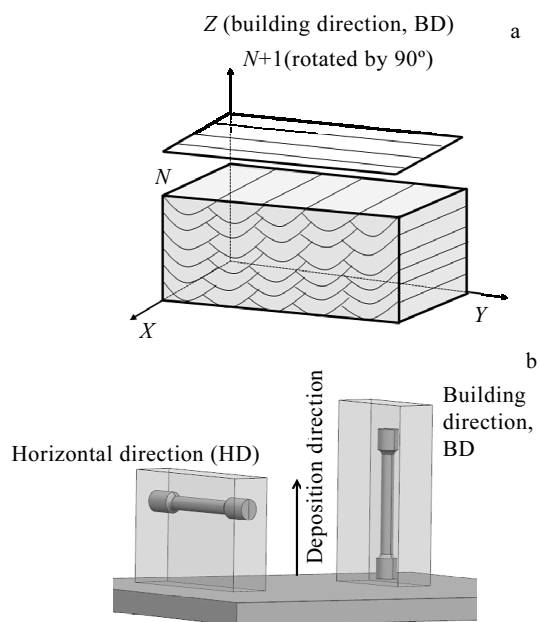


图 2 扫描路径示意图及拉伸试样示意图

Fig.2 Schematic of the laser scanning pattern (a) and configuration of specimens for tension (b)

表 2 成形工艺参数

	LSF parameters for the fabrication of low-Fe and high-Fe TC4 samples		
	Laser power/W	Scanning speed/mm·min ⁻¹	Powder feed rate/g·min ⁻¹
Low-Fe	2600~2900	600~1200	8~16
High-Fe			

2 结果及分析

2.1 沉积态组织

沉积态试样机械抛光后,观察沉积态内部缺陷,如图 3 所示。2 种 Fe 含量试样组织中存在少量孔洞,尺寸在 15~40 μm 之间,无熔合不良、微裂纹等缺陷;提高 Fe 含量,成形组织的缺陷含量变化不大。2 种组织中气孔含量面积比约为 0.09%,意味着沉积态致密度接近 99%。考虑到粉末颗粒内部的气孔 (空心粉) 会导致成形过程中缺陷形成,与雾化制粉工艺相比,PREP 法不需要高速气体流,可显著降低粉末中空心粉含量,有利于提高成形组织的致密度^[15]。

图 4 所示为 2 种 Fe 含量沉积态试样平行于沉积方向 (XZ 截面) 截面及垂直于沉积方向截面 (XY 截面) 腐蚀后金相组织形貌。对于低 Fe 试样,从 XZ 截面 (图 4a) 可看出显著的层状成形特征,每层为连续半椭圆形的熔池结构,其高度约为 700 μm,层与层之间熔池

交叉排列；宏观组织呈现大量贯穿多个熔覆层呈外延生长的粗大 β 柱状胞晶，柱状晶宽度为 200~400 μm 甚至更大，长度几个毫米到十几个毫米。提高 Fe 含量，沉积态晶粒形貌组织变化不大，沿沉积方向组织仍为粗大 β 柱状胞晶。在激光扫描过程中，熔池底部的温度梯度最高，同时基本垂直于激光束扫描方向，而熔池底部也是熔池凝固开始的地方，因而初生的柱状 β -Ti 晶粒将沿着沉积方向连续外延生长；当激光束扫描后一层时会重熔上一层已经凝固柱状晶的顶端，柱状晶未熔部分成为该层定向凝固的晶核，使得前层的原始柱状晶粒沿着沉积方向继续外延生长，从而形成高达数十个毫米的柱状晶。

对沉积态晶界及晶内组织形貌进行高倍观察，如图 5 所示。低 Fe 样品与高 Fe 样品组织相似，初生柱状 β -Ti 晶粒内部 α 相取向混杂，交错排列，呈板条编织的层片结构， α 板条宽约为 1 μm ，长度数十微米到

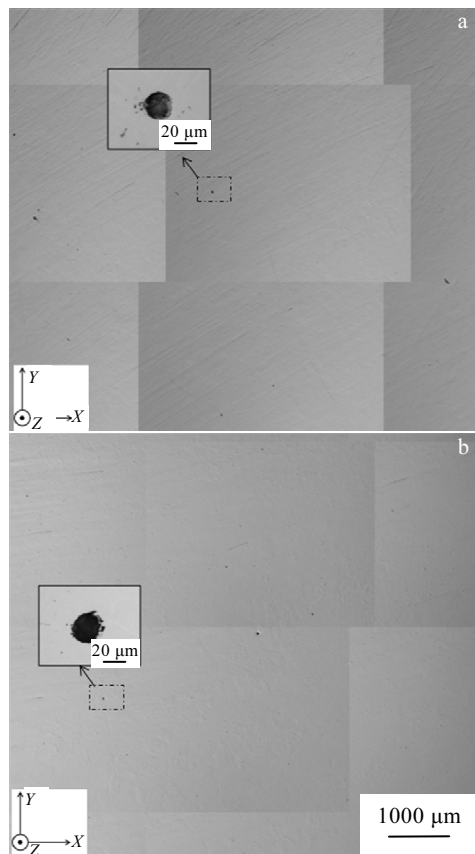


图 3 垂直沉积方向上的低 Fe 试样和高 Fe 试样抛光态组织(沉积态)

Fig.3 Optical metallographs of the cross-section (perpendicular to building direction) of the low-Fe sample (a) and the high-Fe sample (b) after production

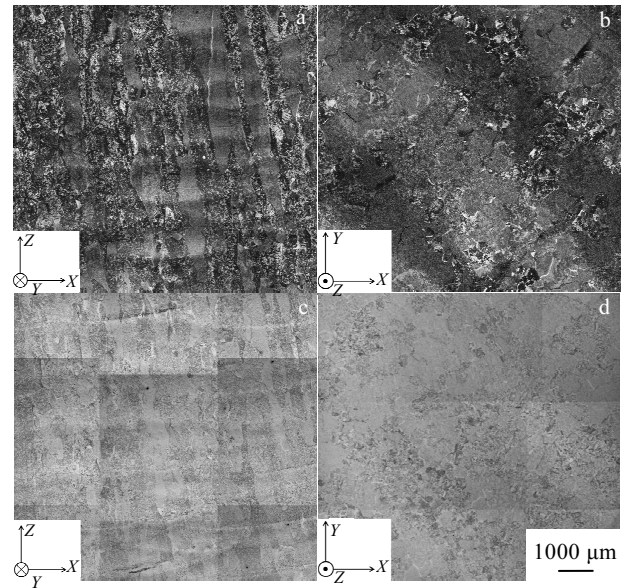


图 4 低 Fe 及高 Fe 沉积态试样平行于沉积方向及垂直于沉积方向截面的晶粒组织形貌

Fig.4 Grain morphology of the as-built samples: (a, c) the longitudinal section (parallel to building direction) of low-Fe sample (a) and high-Fe sample (c); (b, d) the cross-section of the low-Fe sample (b) and the high-Fe sample (d)

数百微米；晶界处 α 相粗大，晶界两侧分布着平行排列的魏氏 α 集束。由于凝固偏析，初生 β 晶界通常相比 β 晶内具有更高溶质含量，导致在冷却过程中， α 相通常在初生 β 晶界首先析出，进而部分 α 相团束沿着初生 β 晶界析出向晶内生长^[16]。

2.2 固溶时效态组织

热处理的目的是提高组织均匀化程度，促进亚稳定相转变为稳定相，消除残余应力，在保证屈服强度和抗拉强度的同时，塑性能得到显著提升。TC4 是 $\alpha+\beta$ 两相钛合金，本实验采取了典型的固溶时效处理制度。热处理后 2 种试样沿沉积方向的晶粒形貌如图 6 所示。对 2 种试样固溶后，层状结构消失。对于低 Fe 试样，沿沉积方向，晶粒形貌仍呈现为柱状晶（图 6a），晶粒长度几个毫米到十几个毫米；高倍下，组织中可观察到少量再结晶（图 6b）。对于高 Fe 试样，沿沉积方向，柱状晶特征减弱，大部分晶粒长度约 1 mm，少量晶粒长度达到几个或十几个毫米；高倍下，组织中可观察到多处再结晶（图 6d）。

图 7 为 2 种 Fe 含量的沉积态试样经固溶时效热处理后的高倍显微组织照片。从图中可见，2 种试样固溶时效处理后组织相似：晶界处有少量平行排列的魏

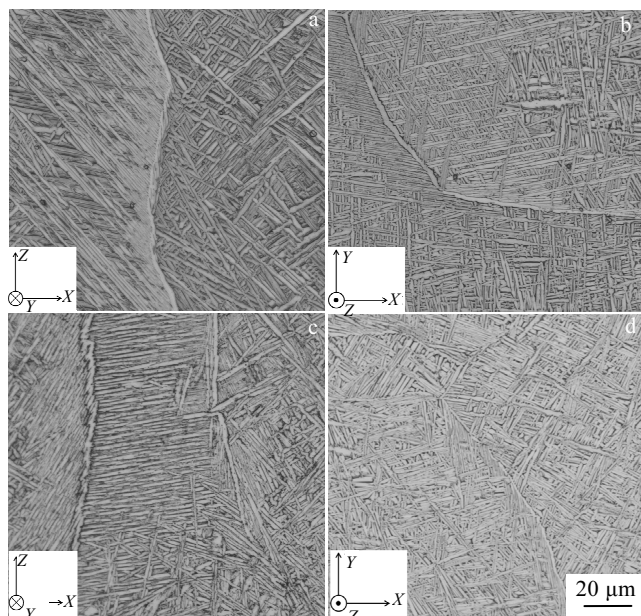


图 5 低 Fe 及高 Fe 沉积态试样平行于沉积方向及垂直于沉积方向截面的晶粒组织形貌

Fig.5 Optical metallographs of the as-built samples: (a, c) the longitudinal section (parallel to building direction) of low-Fe sample (a) and high-Fe sample (c); (b, d) the cross-section (perpendicular to building direction) of low-Fe sample (b) and high-Fe sample (d)

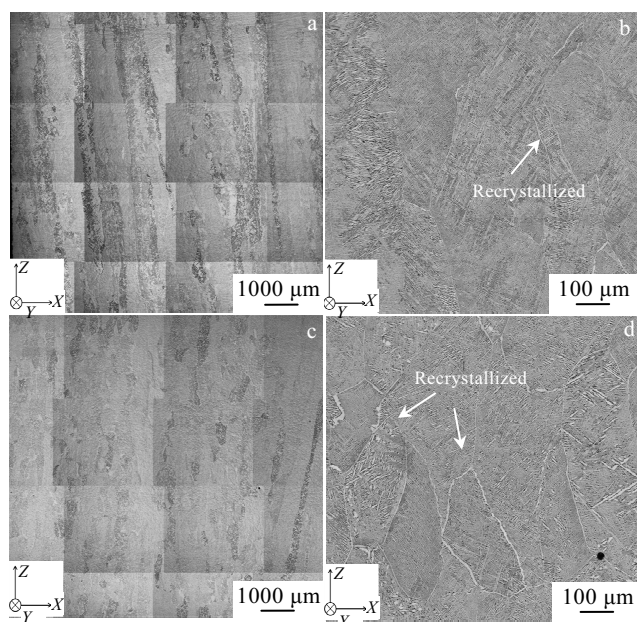


图 6 热处理后 2 种试样平行于沉积方向截面晶粒形貌

Fig.6 Grain morphologies of the longitudinal section of the low-Fe sample (a, b) and the high-Fe sample (c, d) after heat treatment

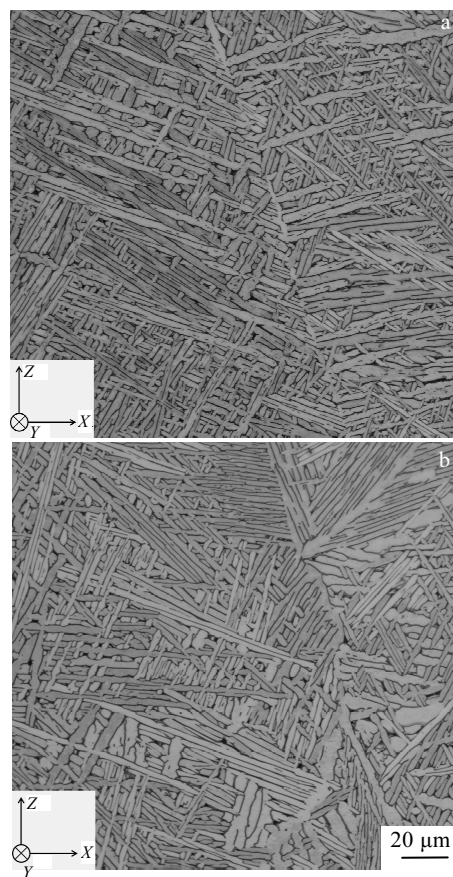


图 7 热处理后 2 种试样平行于沉积方向截面晶粒形貌

Fig.7 Optical metallographs of the longitudinal section of the low-Fe sample (a) and the high-Fe sample (b) after heat treatment

氏 α 集束, 晶内主要以网篮组织为主, 中间分布有近似等轴 α 相。由于是在相变点以下进行的固溶时效处理, 未完全转变成 β 相的初生 α 相发生一定程度的粗化, 与沉积态相比条状 α 的宽度增加; 原始 β 晶界变得不连续, 残余 β 晶界处汇聚有粗大的连续 α 相。

2.3 拉伸性能

图 8 为固溶时效处理后试样拉伸性能, 并与锻件标准要求对比。由图可知, 2 种试样的横纵向拉伸强度及延伸率均超过锻件标准要求, 抗拉强度高出 70~120 MPa, 延伸率高出 1 倍左右。对比低 Fe 及高 Fe 试样的力学性能, 提高 Fe 含量, 沿沉积方向拉伸强度提高 40 MPa 左右, 而垂直于沉积方向拉伸强度提升不明显; 且提高 Fe 含量, 略微降低合金的延伸率。值得注意的是, 低 Fe 试样拉伸性能存在各向异性; 而高 Fe 试样拉伸性能无各向异性现象。

图 9a 和 9c 为 2 种试样沿沉积方向室温拉伸断裂后的断口形貌, 断口均只由纤维区和剪切唇组成, 断口附近均出现明显的颈缩。2 种试样的韧性特征明显

(图 9b 和图 9d), 韧窝呈等轴状, 试样断口附近的宏观塑性变形较大, 断口形貌近似杯锥状。

对断口剖面组织进行金相组织观察, 如图 10a 和 10b 所示, 2 种试样断裂主要表现为穿晶断裂。2 种试样热处理后, 晶内主要以近网篮组织为主且 α 板条

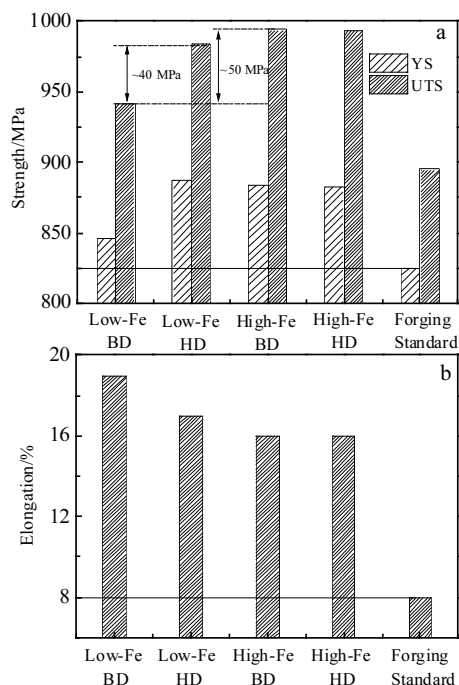


图 8 热处理后 2 种试样室温拉伸性能和延伸率

Fig.8 Tensile strength (a) and elongation (b) of the samples after heat treatments

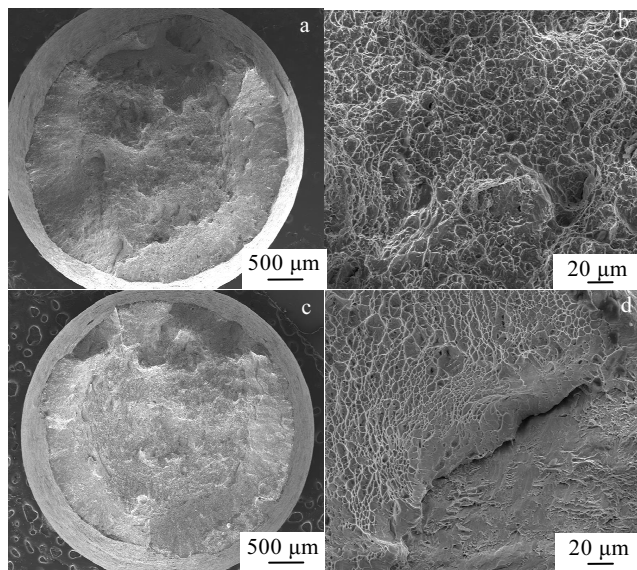


图 9 2 种试样室温拉伸断口

Fig.9 Fractured surfaces of the low-Fe sample (a, b) and the high-Fe sample (c, d) after heat treatment

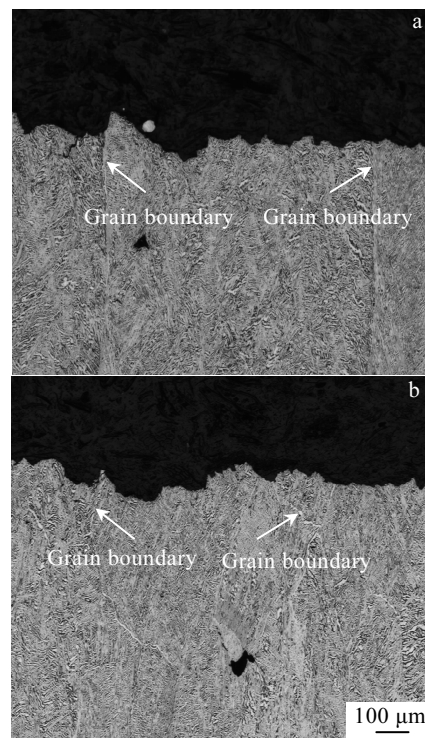


图 10 低 Fe 试样及高 Fe 试样的断口剖面组织

Fig.10 Cross-section of fracture of the low-Fe sample (a) and the high-Fe sample (b)

较长, 而板条状 α 相越长, 位错滑移距离越大, 产生的堆垛位错的应力越大, 越易产生裂纹, 即晶粒内部易发生裂纹萌生及扩展, 更易穿晶断裂。

2.4 讨论分析

在本研究的 Fe 含量范围内, 提高 Fe 含量对沉积态及热处理态组中 α 相含量、尺寸及形貌几乎无影响, 这与其他文献研究结果一致^[10-12,17]。但 Fe 会显著影响热处理后 β 柱状晶形貌, 热处理后高 Fe 含量组织中发生明显再结晶, β 柱状晶尺寸减小; 同时, 拉伸性能也随 Fe 含量发生改变。对以上现象, 分析如下:

航空用 TC4 合金的 Fe 含量已有相关标准要求, 质量分数不超过 0.25%。在该浓度范围内, Fe 可固溶于 α 及 β 相中, 且 β 相中的偏析程度略强^[11]。可推测, 在本研究中 Fe 含量从 0.026% 提高到 0.18%, Fe 在 β 相中的偏析程度增强, 同时 Fe 在 α 及 β 相中的绝对浓度也会增加。值得注意的是, Fe 是 α -Ti 中的快扩散元素, 在 α -Ti 具有非常大的扩散速率, 能极大地促进 α -Ti 的自扩散, 显著提高钛合金在 400 °C 以上的扩散能力^[12,18]。再结晶温度与合金中杂质元素含量有关, 若杂质元素能有效阻碍原子扩散和晶界迁移, 则可显著提高最低再结晶温度, 反之则降低最低再结晶温度。这意味着提高 Fe 含量, 会降低成形 TC4 合金的最低再结晶温度。

激光立体成形技术以高能激光束作为移动热源,通过与粉末材料相互作用形成熔池,并快速熔凝。在这个过程中,熔池经历快速加热、熔化和快速冷却、凝固的变化过程,将在成形过程中形成较大的残余应力。2 种 Fe 含量的 TC4 试样,采用了相同的成形工艺参数,可以认为成形后试样内部残余应力大致相当。由于高 Fe 试样的最低再结晶温度相对较低,固溶处理时试样内部的残余应力更易诱导组织中发生再结晶,高温下这些晶粒不断长大,导致柱状晶粒尺寸细化。

固溶时效处理后沿沉积方向低 Fe 试样仍为粗大柱状晶,而高 Fe 试样组织转变为细小的柱状晶。晶粒细化可加强晶界,提升晶界强化效果;另一方面,Fe 在钛合金中固溶于 α 及 β 相中,会引起晶体晶格畸变,提高位错开动滑移的阻力,可起到固溶强化作用^[11]。当 Fe 质量分数从 0.026% 提高到 0.18% 时,在垂直于沉积方向的拉伸性能提升不明显,而 2 种试样的截面组织形貌均为晶粒大小相当的等轴晶,这意味着 Fe 对 α 及 β 相的固溶强化作用不明显。可以推断,沿沉积方向拉伸时,提高 Fe 含量拉伸强度提升主要是由于组织中晶粒细化,晶界强化效果加强。

3 结 论

1) 提高 Fe 含量,对沉积态组织影响不大,沿沉积方向组织均呈现为由贯穿多个熔覆层的 β 柱状晶组成,内部为魏氏组织并晶界处有较小的 α 集束。

2) 固溶时效热处理后,低 Fe 试样沿沉积方向组织仍为粗大的柱状晶,而高 Fe 试样,沉积方向组织中粗大柱状晶转变为细小柱状晶,发生明显再结晶。

3) 提高 Fe 含量,沿沉积方向拉伸性能提升明显,而垂直方向上拉伸强度变化不明显,主要是因为固溶时效处理后,高 Fe 试样粗大柱状晶粒细化,提升晶界强化效果。2 种试样均表现为韧性断裂,并呈现穿晶断裂特征。

参考文献 References

- [1] Huang Weidong (黄卫东), Lin Xin (林鑫). *Material China* (中国材料进展)[J], 2010, 29(6): 12
- [2] Chen D J, Wu S C, Li M Q. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2004, 152: 62

- [3] 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(10): 1839
- [4] Qian Yuanhong(钱远宏), Tan Hua(谭华), Li Jing(李静) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2014, 43(9): 2162
- [5] 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
- [6] Li Jing(李静), Lin Xin(林鑫), Qian Yuanhong(钱远宏) *et al. Chinese Journal of Lasers* (中国激光)[J], 2014, 41(11): 1
- [7] Zhang Shuangyin(张霜银). *Thesis for Doctorate*(博士论文)[D]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University, 2009
- [8] Lu Y, Tang H B, Fang Y L *et al. Materials & Design*[J], 2012, 37: 56
- [9] Brandl Erhard, Greitemeier Daniel. *Materials Letters*[J], 2012, 81(4): 84
- [10] Fan Yajun(樊亚军), Cao Jimin(曹继敏), Yang Huabin(杨华斌) *et al. Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2013, 38(3): 21
- [11] Liang Enquan(梁恩泉), Huang Sensen(黄森森), Ma Yingjie(马英杰) *et al. Chinese Journal of Materials Research*(材料研究学报)[J], 2016, 30(4): 299
- [12] Cai Jianming(蔡建明), Ma Jimin(马济民), Huang Xu(黄旭) *et al. Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2009, 8: 84
- [13] Mishra H, Ghosal P, Nandy T K *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2005, 399: 222
- [14] Thiehsen K E, Kassner M E, Pollard J *et al. Metallurgical Transactions A*[J], 1993, 24: 1819
- [15] Naveed Ahsana M, Pinkertona Andrew J, Moatb Richard J *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2011, 528: 7648
- [16] Xue Lei(薛蕾), Chen Jing(陈静), Yu Wenjun(虞文军) *et al. Chinese Journal of Lasers*(中国激光)[J], 2009, 36(12): 3210
- [17] Mishra H, Satyanarayana D V V, Nandy T K *et al. Scripta Materialia*[J], 2008, 59: 591
- [18] Köppers M, Herzig C, Friesel M *et al. Acta Materials*[J], 1997, 45: 4181

Effect of Fe Content on the Microstructure and Tensile Properties of TC4 Alloy Fabricated by Laser Solid Forming

Shi Lei, Lei Liming, Fu Xin, Yang Yang, Fu Jun

(AECC Shanghai Commercial Aircraft Engine Manufacturing Co., Ltd, Shanghai 201306, China)

Abstract: The effect of Fe content on the microstructure and tensile properties of TC4 alloy manufactured by laser solid forming was investigated. The analysis of microstructure evolution of samples during heat treatment process shows that Fe does not affect the microstructure of as-built samples which consists of coarse columnar β grains in the longitudinal section, while after heat treatments the coarse columnar β grains in the longitudinal section are transformed into fine columnar β grains with increasing Fe content from 0.026 wt% to 0.18 wt%, suggesting the occurrence of recrystallization. The tensile strength of samples at room temperature after heat treatments is higher than the standard requirements for forging. The tensile strength parallel to building direction is improved with the increasing of Fe, while for the strength perpendicular to building direction is insensitive to Fe content.

Key words: laser solid forming; TC4; Fe content; tensile properties

Corresponding author: Lei Liming, Ph. D., Senior Engineer, AECC Shanghai Commercial Aircraft Engine Manufacturing Co., Ltd, Shanghai 201306, P. R. China, Tel: 0086-22-36688600, E-mail: biamfirst@126.com