

激光增材制造钛合金织构跨尺度分析

左玉婷^{1,2}, 王书明², 李 聪², 张丽民², 朱言言³

(1. 国合通用测试评价认证股份公司, 北京 100088)

(2. 国标(北京)检验认证有限公司, 北京 100088)

(3. 北京航空航天大学, 北京 100083)

摘 要: 针对增材制造钛合金的组织特点, 采用 EBSD 以及 XRD 的方法对增材制造 TC11 合金进行了织构分析, 探讨 TC11 合金从微米级微观织构到厘米级宏观织构的变化规律, 分析了 EBSD 扫描面积大小对织构分析结果的影响。结果表明, 采用大面积 EBSD 拼接扫描的织构分析结果与 XRD 宏观分析结果一致。TC11 合金 β 相具有 $\langle 001 \rangle //$ 沉积方向的丝织构及弱 $(001)[0\bar{1}0]$ 板织构, α 相的主织构为 $\langle 160\bar{1}619 \rangle // [001]$ 、 $\langle 2\bar{1}10 \rangle // [001]$ 丝织构。

关键词: 激光增材制造钛合金; 织构; EBSD

中图法分类号: TG146.23; TG113.12

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2021)04-1365-06

增材制造技术具备“移动熔池、快速凝固、逐层堆积”等多条件制备成形的特征, 对于增材制造钛合金材料而言, 不同区域的凝固、形核、生长成形过程受相变、再结晶、热输入多因素的影响, 这为组织与工艺之间影响规律的建立增加了难度, 也使得增材制造钛合金构件的微观组织分析显得尤为重要^[1-6]。

XRD (X 射线衍射) 技术一直是表征钛合金宏观织构的常用方法。通过对衍射峰的标定可以获得 α 、 β 两相的极图, 通过多张极图可以计算出 ODF (取向分布函数) 图, 从而获取样品的织构信息。但对于双相钛合金, β 相与 α 相的衍射峰存在重叠的情况, 特别是当 β 相含量偏低的时候, 衍射峰强度较低, 受分辨率的影响, 无法准确地获得 α 、 β 两相的织构分析结果。EBSD (电子背散射衍射) 方法是目前越来越受研究者青睐的微观组织及织构分析方法。通过扫描获得测试区域内每一点的取向, 生成 ODF 取向分布函数, 能够精确地统计出样品测试区域内的织构类型及强度, 结合取向面分布图甚至可以计算出不同织构的面积分数。同时通过 EBSD 能够获得大量的微观组织信息, 包括微织构、取向关系、两相分布、晶界特征等。但需要进行宏观织构分析时, EBSD 测试区域通常在 μm^2 数量级, 对于 β 晶粒较粗大的钛合金组织, 统计性较差。

随着检测技术的进步, 大面积 EBSD 扫描技术得到发展, 将样品台控制与电子束控制相结合, 通过样品台移动扫描多个区域进行拼接的方法, 能够获得大

面积的 EBSD 扫描结果, 从而获得兼具丰富微观组织信息以及宏观统计性的结果, 充分发挥 EBSD 跨尺度织构分析的优势。

本实验以激光增材制造 TC11 合金为例, 采用 EBSD 方法研究了合金从微米级到厘米级织构的变化规律, 分析了扫描面积大小对 EBSD 织构分析结果的影响, 并对比分析了增材制造 TC11 合金 XRD 与 EBSD 织构分析结果的异同点。

1 实 验

采用同步送粉激光增材制造技术制备板状 TC11 (Ti-6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.3Si) 合金试验料。

EBSD 样品制备: 采用电解抛光制备 EBSD 样品, 直流电压: 60 V; 电流: 0.5 A; 电解液: 10%高氯酸乙醇溶液; 电极: 不锈钢; 温度: 20 °C; 抛光时间: 10 s。

EBSD 试验: 采用日本电子 JSM-7900F 扫描电镜, EBSD 探头采用 EDAX 公司的 Hikar'i XP 探头, 采用 EDAX 公司 Team 及 OIM 软件进行扫描采集与数据处理;

XRD 试验: 采用 Panalytical X'Pert MRD 设备进行 XRD 试验。

2 结果与分析

2.1 微观组织分析

收稿日期: 2020-05-26

作者简介: 左玉婷, 女, 1986 年生, 硕士, 高级工程师, 国合通用测试评价认证股份公司, 北京 100088, 电话: 010-82241375, E-mail: beatleszyt@163.com

图 1 和图 2 所示分别为增材制造 TC11 钛合金高倍 EBSD 取向成像图和相分布图。从图 1 中可以看出, 该合金主要由网篮状组织组成, α 相板条宽为 2~10 μm , β 相宽为 0.5~5 μm 。从图 2 的相分布图可知, α 相含量为 97.4%, β 相含量为 2.6%。

2.2 EBSD 织构分析

在扫描电镜分辨率范围内, 通常放大倍数越高, 测试区域越小, 整个平面的聚焦越清楚; 放大倍数越低, 单幅测试区域面积越大, 边缘区域电子束聚焦时的角度偏离就越大, 聚焦就越不清楚。

而这种低倍聚焦不清楚的影响, 对 EBSD 测试尤为明显。所以, 在对样品进行 EBSD 测试时, 大部分时候会选择微区分析。但对于增材制造钛合金, 原始 β 晶粒比较粗大, 通常为百微米到毫米级不等, 在采用 EBSD 进行织构分析时, 微区分析的代表性不强, 单幅 EBSD 扫描无法满足样品大面积统计分析的需求。因此有必要采用大面积 EBSD 连续拼接扫描的方法来获取更加宏观的织构分析结果。

为了探索 EBSD 织构检测中测试区域大小对织构结果的影响, 本研究进行了一系列的 EBSD 试验。表 1 所示为对增材制造 TC11 合金进行的一系列 EBSD 试验的测试参数, 测试区域面积从 100 μm^2 到接近 1 cm^2 。其中, 当区域大于 2 mm^2 时, 采用连续拼接扫描的方式进行 EBSD 数据采集。图 3、图 4 所示分别为 1#~6# 试验结果的取向分布图及 α 相的 ODF 图。

从图 3 的取向成像图中可以看出, 1#~5# 试验结果所包含的原始 β 相晶粒数量分别约为 800、200、50、5、2 个, 而 6# 试验是在单个 β 晶粒内部的测试结果。对比图 4 中各个试验结果的 ODF 图可知, 1#~6# 结果中, 最大强度的织构都为 $(10\bar{1}2)[\bar{1}2\bar{1}0]$, 且随着测试区域面积减小, 织构强度最大值在增加。1# (10 mm×8 mm) 试验结果的织构强度最大值为 10, 而 5#、6# 试验结果的织构强度最大值分别为 51、47。

接下来, 单独分析 6# 与 1# 试验结果的织构特点。图 5 为 6# 试验结果的 α 相与 β 相的极图, 图 6 为 6# 试验结果的织构面分布图。从图中可以看出, 6# 试验区域 β 晶粒的取向为 $(001)[0\bar{1}0]$ 。从图 5 可以看出,

晶面 $\{0001\}_\alpha // \{110\}_\beta$, $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha // \langle 111 \rangle_\beta$, 验证了该区域的 α 相与 β 相完全满足 Burgers(伯格)取向关系。图 6 为对该区域内 α 相的取向组分图。可以看出, 该晶粒 $\beta \rightarrow \alpha$ 转变过程中被择优选择的 α 变体取向为 $(10\bar{1}2)[\bar{1}2\bar{1}0]$ 、 $(\bar{1}01\bar{2})[\bar{1}2\bar{1}0]$ 、 $(\bar{1}2\bar{1}0)[10\bar{1}1]$ 、 $(1\bar{2}10)[10\bar{1}1]$ 、 $(0\bar{1}12)[0\bar{1}1\bar{1}]$ 、 $(\bar{1}10\bar{2})[1\bar{1}0\bar{1}]$, 每种变体的面积分数如图所示。

图 7 为 1# (10 mm×8 mm) 试验结果 α 相与 β 相的极图。从图中可以看出, β 相存在 $(001) //$ 沉积方向的丝织构以及弱 $(001)[0\bar{1}0]$ 板织构, 结合图 4 的 ODF 图可以看出, α 相的主织构为 $(10\bar{1}2)[\bar{1}2\bar{1}0]$, $(\bar{1}2\bar{1}0)[10\bar{1}1]$, $(\bar{1}10\bar{2})[1\bar{1}0\bar{1}]$ 。从两相的织构类型可以看出, β 相的 $(001)[0\bar{1}0]$ 板织构遵循伯格关系

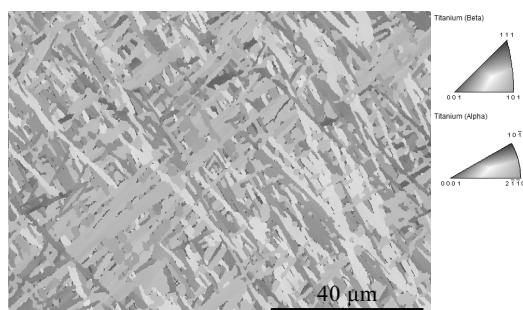


图 1 TC11 合金的 EBSD 取向成像图

Fig.1 Orientation spread figure of TC11 alloy

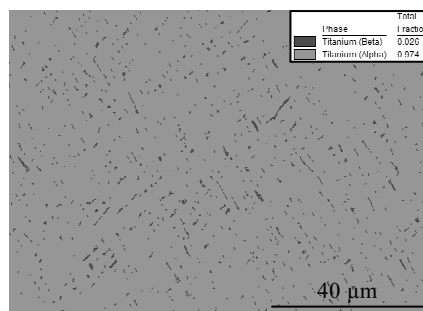


图 2 TC11 合金的 EBSD 相分布图

Fig.2 Phase map of TC11 alloy

表 1 TC11 合金 EBSD 扫描试验的不同参数
Table 1 Different EBSD test parameters of TC11 alloy

Test No.	Area/ mm^2	Magnification	Step size/ μm	Average CI (confidence index)	α/β (phase ratio)
1#	10×8	35	7	0.3	0.895/0.047
2#	6×4	100	7	0.46	0.998/0.002
3#	2.5×2	50	7	0.42	0.997/0.003
4#	1.2×1	100	2	0.46	0.994/0.006
5#	0.64×0.5	200	0.8	0.5	0.996/0.004
6#	0.11×0.086	1000	0.25	0.57	0.974/0.026

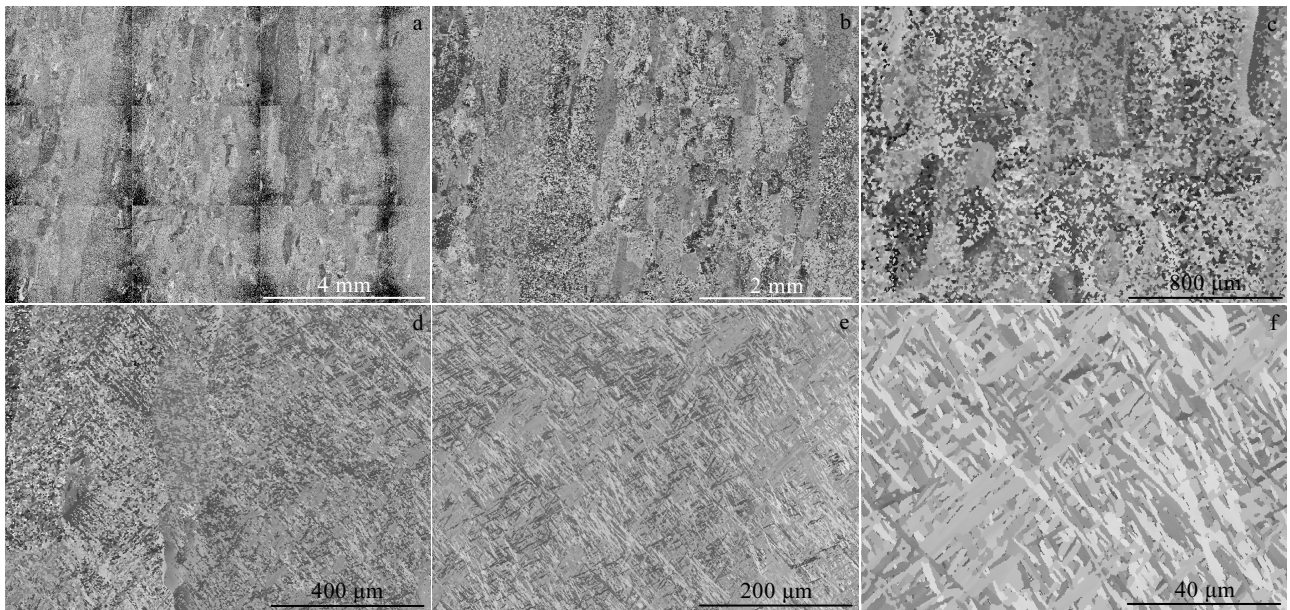
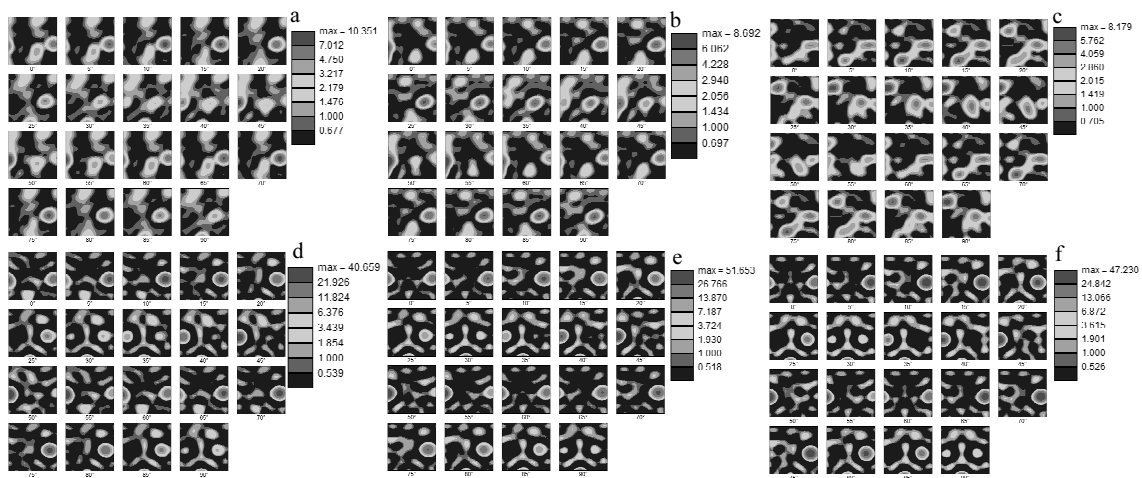


图3 表1中1#~6#EBSD试验的取向成像图

Fig.3 Orientation spread figures of EBSD test in Table 1: (a) 1#, (b) 2#, (c) 3#, (d) 4#, (e) 5#, and (f) 6#

图4 表1中1#~6#EBSD试验 α 相的ODF图Fig.4 ODF figures of α phase of EBSD test in Table 1: (a) 1#, (b) 2#, (c) 3#, (d) 4#, (e) 5#, and (f) 6#

传递给了 α 相。同时 α 相变体也发生了取向择优转变。从图7中同时可以看出, α 相存在明显的丝织构。

对1#~6#试验结果进行了丝织构统计,得出该合金中 α 相存在的丝织构类型主要为 $\langle 160\bar{1}619 \rangle // [001]$ 、 $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle // [001]$,每种丝织构的面积分数如表2所示。可以看出,1#、2#、3#试验结果的织构组分接近,而4#、5#、6#试验织构组分接近。6个试验结果都以 $\langle 160\bar{1}619 \rangle // [001]$ 丝织构为主, $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle // [001]$ 丝织构次之。

从以上不同测试面积的EBSD对比试验结果,可以看出,该合金 β 相存在 $\langle 001 \rangle //$ 沉积方向的丝织构以及弱 $(001)[0\bar{1}0]$ 板织构, α 相存在 $(10\bar{1}2)[\bar{1}2\bar{1}0]$ 、 $(\bar{1}2\bar{1}0)[10\bar{1}1]$ 、 $(\bar{1}10\bar{2})[1\bar{1}0\bar{1}]$ 的板织构及 $\langle 160\bar{1}619 \rangle // [001]$ 、 $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle // [001]$ 的丝织构。低倍1#、2#、3#大面积试验结果与4#、5#、6#小面积试验结果对比可知, α 相板织构及丝织构的类型相同,但织构强度高出数倍,而4#、5#、6#小面积试验结果中无法观察到 β 相的 $(001) //$ 沉积方向的丝织构,仅能观察到

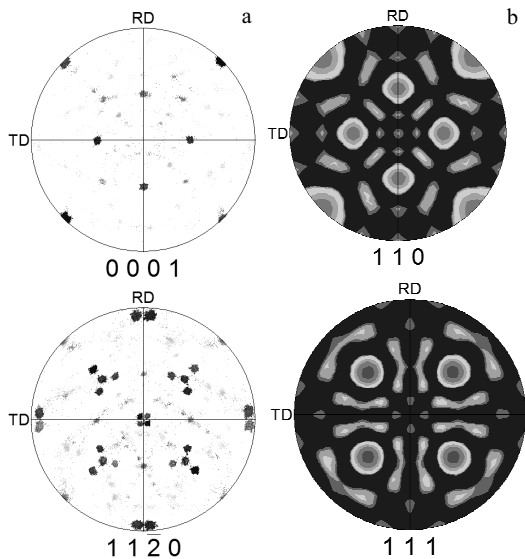


图 5 6# EBSD 试验 α 相与 β 相的极图

Fig.5 Pole figures of 6# EBSD: (a) α phase and (b) β phase

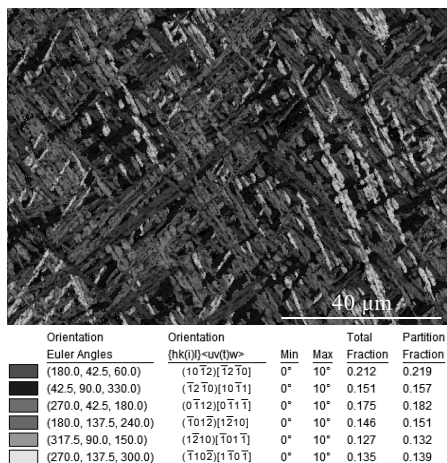


图 6 6#EBSD 试验的组织面分布图

Fig.6 Texture spread figure of 6# EBSD

(001)[0 $\bar{1}0$]板织构。出现这种结果的原因，与钛合金组织的形成与演变规律相关。

对于具有体心立方结构的 β 相来说，生长速度最快的晶体学方向为 $\langle 001 \rangle$ 方向。在激光增材制造过程中，由于激光熔池底部固液界面前沿存在很大的温度梯度，成形过程中能量总是由熔池向基材和已沉积层散失。熔池凝固时， $\langle 100 \rangle$ 晶向与最大温度梯度方向保持平行的 β 晶粒在生长过程中最有利，晶向差异较大的晶粒不利于生长，从而形成具有特定组织的宏观组织^[4-8]。

在 β 晶粒冷却至室温的过程中，会发生 $\beta \rightarrow \alpha$ 转变。

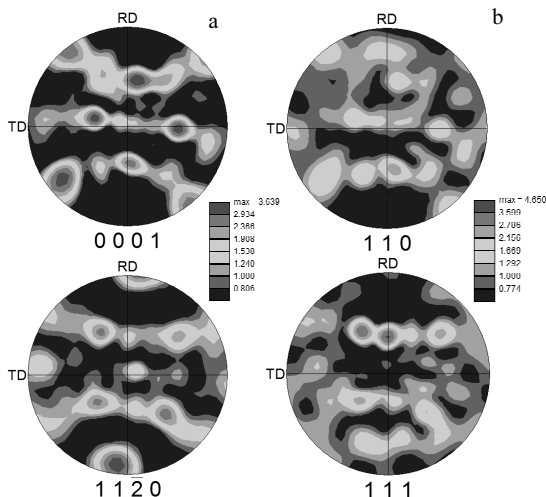


图 7 1# EBSD 试验 α 相与 β 相的极图

Fig.7 Pole figures of α (a) and β phase (b) of 1# EBSD

表 2 TC11 合金不同参数 EBSD 试验的 α 相丝织构面积分数
Table 2 Area fraction of fiber texture of α phase in different EBSD test of TC11 alloy (%)

Fiber texture	1#	2#	3#	4#	5#	6#
$\langle 160\bar{1}619 \rangle // [001]$	28.3	25.9	21.8	61.6	68.2	69.8
$\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle // [001]$	11.5	11.4	8.4	25.3	29.4	28.9

理想状态下，相变产生的变体随机形核长大，可以获得取向分布均匀的钛合金组织，但受到材料内部应力，不同区域能量不均匀等因素的影响，新相会择优形核，相变产生的变体形成择优取向，产生织构^[9-14]。

而当 β 相存在 $\langle 001 \rangle //$ 沉积方向的丝织构时， $\beta \rightarrow \alpha$ 转变生成的 12 种变体中，有 4 种变体会表现为 $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle // [001]$ 的丝织构，有 8 种变体会表现为 $\langle 160\bar{1}619 \rangle // [001]$ 的丝织构^[7]。

由于样品原始 β 相具有 $\langle 001 \rangle //$ 沉积方向的丝织构及弱 (001)[0 $\bar{1}0$]板织构，相转变时，依据伯格关系生长， α 相遗传了 β 相的组织。当采用大面积 EBSD 测试时，可以将样品中 β 相的丝织构以及其他无生长优势的取向都统计在内，而 α 相的取向就由丝织构、板织构及随机取向相变生成的择优变体组成。而对于小面积的 4#、5#、6# 试验结果来说，主要包含 (001)[0 $\bar{1}0$] 取向的 β 晶粒，其 α 相的组织也由与该取向存在取向关系的择优变体组成，因此仅出现 (10 $\bar{1}2$)[$\bar{1}2\bar{1}0$]，($\bar{1}2\bar{1}0$)[10 $\bar{1}1$]，($\bar{1}10\bar{2}$)[$\bar{1}10\bar{1}$]板织构，并且在组织强度上，要高出大面积试验结果的数倍。

综上可知，增材制造钛合金的组织，主要来源于凝固过程中 β 晶粒的沿 $\langle 001 \rangle$ 取向择优生长，以及 $\beta \rightarrow \alpha$ 转变时 α 变体的取向择优。TC11 合金 β 相具有 $\langle 001 \rangle //$

沉积方向的丝织构及弱 $(001)[0\bar{1}0]$ 板织构, α 相的组织主要来源于 β 相相转变时遵循的取向关系带来的组织, 12 种变体并未全部产生, 而是发生取向择优, 形成了 $(10\bar{1}2)[\bar{1}2\bar{1}0]$, $(\bar{1}2\bar{1}0)[10\bar{1}1]$, $(\bar{1}10\bar{2})[1\bar{1}0\bar{1}]$ 的板织构及 $\langle 160\bar{1}619 \rangle // [001]$ 、 $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle // [001]$ 的丝织构。同时, 由于该样品发生的变体择优选择现象较为一致, 使得合金的微区组织分布较均匀, 因此高倍下的扫描结果组织类型与低倍下较为一致, 但组织的取向密度函数较低倍下的扫描结果高出数倍。但大面积试验结果更能客观反映宏观的组织强度, 以及可能包含的次组织。因此低倍结果更能反映宏观的组织强度。

2.3 XRD 织构分析

传统上经常采用 XRD 的方法来检测材料的宏观织构。由于检测深度及区域大小都较扫描电镜下大, 因此, XRD 检测方法具有宏观代表性强的特点。

图 8 为采用 XRD 测得 TC11 合金 α 相的 ODF 图, 图 9 为采用 XRD 和 EBSD 获得的 β 相 ODF 图的对比分析。

将图 8 XRD 测得的 α 相的 ODF 图与图 4 对比可知, 2 种测试方法得到的 $\varphi_2=0^\circ$ 及 $\varphi_2=45^\circ$ ODF 图, 组织位置相同, XRD 最大强度值为 5.8, 而 1# EBSD 试验结果最大强度值为 10。

对比图 9 中 β 相的 ODF 图, 可以看出主要组织的位置相同, 最大强度值均为 10 左右。

由此可以看出, TC11 合金的 EBSD 大面积扫描测得的组织分析结果与 XRD 宏观分析结果一致。

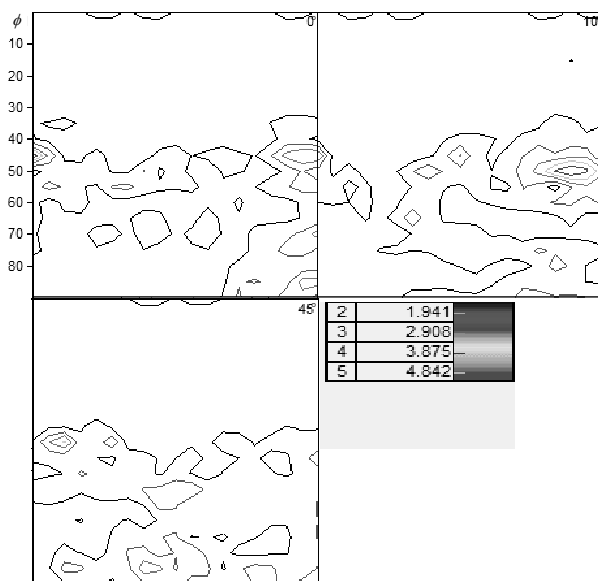


图 8 XRD 试验测得 α 相的 ODF 图

Fig.8 ODF figures of α phase by XRD test

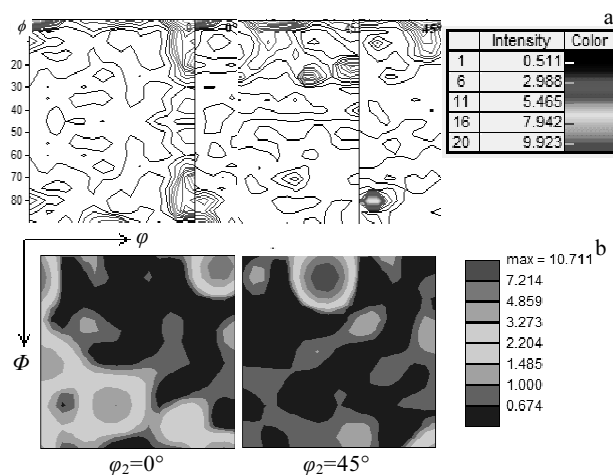


图 9 XRD 与 EBSD 试验测得 β 相 ODF 图对比

Fig.9 ODF figures of β phase by XRD (a) and EBSD (b) test

3 结 论

1) 增材制造 TC11 合金组织主要来源于 β 晶粒的取向择优生长, 以及相变时 α 变体的取向择优。

2) TC11 合金 β 相具有 $\langle 001 \rangle //$ 沉积方向的丝织构及弱 $(001)[0\bar{1}0]$ 板织构, α 相的组织主要来源于 β 相相转变时遵循的取向关系带来的组织, 12 种变体并未全部产生, 而是发生取向择优, 形成了 $\langle 160\bar{1}619 \rangle // [001]$ 、 $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle // [001]$ 的丝织构。

3) 采用大面积 EBSD 拼接扫描的组织分析结果与 XRD 宏观分析结果一致。

参考文献 References

- [1] Wang Huaming(王华明), Zhang Shuquan(张述泉), Wang Tao (王 韬) et al. *Journal of Xihua University, Natural Science Edition*(西华大学学报, 自然科学版)[J], 2018, 37(4): 9
- [2] Wang Huaming(王华明). *Acta Aeronautica et Astronautica Sinica*(航空学报)[J], 2014, 35(10): 2690
- [3] Zheng Guoming(郑国明), Li Lei(李 磊), Mao Xiaonan(毛小南) et al. *Materials Reports*(材料导报)[J], 2019, 17: 2910
- [4] Su Lianpeng(苏连朋), Liu Hanyuan(刘汉源), Wang Wenxian (王文先) et al. *Hot Working Technology*(热加工工艺)[J], 2019, 22: 1
- [5] Zhang Qiang(张 强). *Microstructure Control and Mechanical Property Optimization of Laser Solid Formed TC21 Titanium Alloy*(激光立体成形 TC21 钛合金组织及力学性能调控)[D]. Xi'an: Northwestern Polytechnical University, 2017
- [6] Zhu Yanyan, Chen Bo, Tang Haibo et al. *Transactions of Non-ferrous Metals Society of China*[J], 2018, 28(1): 36

- [7] Chen Rong, Tan Chengwen, You Zhongyuan *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2019, 750: 81
- [8] Yan Mengqi(颜孟奇), Sha Aixue(沙爱学), Li Kai(李 凯) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(1): 156
- [9] Li Zhixin(李志欣), Zhan Mei(詹 梅), Guo Kun(郭 坤) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(11): 3169
- [10] Xi Mingzhe(席明哲), Gao Shiyu(高士友). *Chinese Journal of Lasers*(中国激光)[J], 2012, 39(1): 103 007
- [11] Keresztes Z, Pammer D, Karoly D *et al. IOP Conference Series Materials Science and Engineering*[J], 2018, 426: 12 025
- [12] Cepeda-Jiménez C M, Potenza F, Magalini E *et al. Materials Characterization*[J], 2020, 163: 110 238
- [13] Li H, Mason D E, Bieler T R *et al. Acta Materialia*[J], 2013, 61(20): 7555
- [14] Yu Xiushui(于修水), Liang Wenping(梁文萍), Miu Qiang(缪强) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2020, 49(3): 1024

Multi-scale Texture Analysis of Titanium Alloy Made by Laser Additive Manufacturing

Zuo Yuting^{1,2}, Wang Shuming², Li Cong², Zhang Limin², Zhu Yanyan³

(1. Guohe General Testing and Evaluation Certification Co., Ltd, Beijing 100088, China)

(2. Guobiao (Beijing) Testing & Certification Co., Ltd, Beijing 100088, China)

(3. Beihang University, Beijing 100083, China)

Abstract: According to the microstructure characteristics of laser additive manufactured titanium alloy, the texture of laser additive manufactured TC11 alloy was investigated by EBSD and XRD, from micron scale to centimeter scale, and the effect of scanning area of EBSD on the texture was analyzed. The results show that the textures tested by EBSD are consistent with the results of XRD. The β phase of TC11 alloy shows the $\langle 001 \rangle$ fiber texture parallel to the building direction and weaker $(001)[0\bar{1}0]$ plate texture, and the α phase exhibits two fiber textures, $\langle 160\bar{1}619 \rangle // [001]$ and $\langle 2\bar{1}\bar{1}0 \rangle // [001]$.

Key words: laser additive manufactured titanium alloy; texture; EBSD

Corresponding author: Zuo Yuting, Master, Senior Engineer, Guohe General Testing and Evaluation Certification Co., Ltd, Beijing 100088, P. R. China, Tel: 0086-10-82241375, E-mail: beatleszyt@163.com