

# 激光熔化沉积 Ti60 合金、TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料的高温拉伸持久寿命及断裂过程

孙景超 张永忠\* 官新勇 刘铭坤

(北京有色金属研究总院复合材料中心, 北京 100088)

**摘要** 通过激光熔化沉积工艺制备出 Ti60 合金和质量分数为 5% 的 TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料, 分析比较了两种材料的微观组织及高温(600 °C)拉伸持久性能。结果表明, 所沉积 TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料中初生 TiC 呈树枝晶分布于原始  $\beta$  晶界, 共晶 TiC 呈颗粒状分布于  $\alpha$ -Ti 板条间, TiC 的存在导致基体组织细化。TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料较基体合金具有更加优异的高温(600 °C)拉伸持久寿命, 其高温拉伸持久断裂过程为: 增强体与基体界面脱粘、 $\alpha$ -Ti/ $\beta$ -Ti 的界面处微孔形核、长大、横向扩展及连接, 最终导致复合材料的失效。

**关键词** 激光技术; 激光熔化沉积; Ti60 合金; TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料; 持久寿命

**中图分类号** TN249; TF124 **文献标识码** A **doi**: 10.3788/CJL201239.0103002

## High-Temperature Tensile Rupture Life and Fracture Procedure of Laser Direct Deposited Ti60 Alloy and TiC<sub>p</sub>/Ti60 Composites

Sun Jingchao Zhang Yongzhong Gong Xinyong Liu Mingkun

(Center for Composites, General Research Institute for Non-Ferrous Metals, Beijing 100088, China)

**Abstract** Ti60 alloy and TiC<sub>p</sub> (mass fraction of 5%) /Ti60 titanium matrix composites are fabricated by laser direct deposition process. The microstructure and tensile rupture life under 600 °C are investigated and compared. The results indicate that, for laser direct deposited TiC<sub>p</sub>/Ti60 composites, primary TiC appears as dendrites and distributes at the original  $\beta$  grain boundary, and the eutectic TiC appears as particulate and distributes between  $\alpha$  laths. The existence of TiC results in refinement of the matrix. Compared with the Ti60 alloy, TiC<sub>p</sub>/Ti60 composite exhibits a superior rupture life and creep resistance under 600 °C. The creep rupture of the composite is primarily initiated by a mixture of interface debonding between TiC and the matrix and interface voiding between  $\alpha$ -Ti and  $\beta$ -Ti, which is followed by the ductile failure through the matrix.

**Key words** laser technique; laser direct deposition; Ti60 alloy; TiC<sub>p</sub>/Ti60 composites; rupture life

**OCIS codes** 140.3590; 310.1860; 350.3390; 350.3850

## 1 引言

钛基复合材料通过在钛合金基体中加入一定量的纤维或增强体颗粒, 可以有效提高钛合金的比强度、比刚度、高温蠕变性能和磨损抗力, 显著提高结构效率, 是未来 650 °C 及更高温度下使用的关键材料<sup>[1]</sup>。近年来, 利用材料高温处理过程中组成元素之间的放热反应生成自生增强相的原位钛基复合材料得到较快发展, 目前制备原位钛基复合材料的方

法主要有燃烧合成、反应热压烧结、机械合金化、放电等离子体烧结、熔炼铸造等<sup>[2~5]</sup>, 为获得具有良好组织及性能的原位钛基复合材料, 上述方法普遍采用了热压烧结、挤压、锻造、热等静压、高温热处理等热加工手段, 由于大量增强相的存在, 增加了加工成形的难度和制造成本, 需要发展高性能原位钛基复合材料及其零件的短流程高效制备技术。

激光熔化沉积技术是近年来得到快速发展的高

收稿日期: 2011-08-10 收到修改稿日期: 2011-09-29

基金项目: 国家 973 计划(2011CB606305)和国家自然科学基金(50871023)资助课题。

作者简介: 孙景超(1985—), 男, 硕士, 主要从事激光熔化沉积钛基复合材料方面的研究。

E-mail: sunjingchao5@gmail.com

\* 通信联系人。E-mail: yzhang@grinm.com

性能新材料制备及复杂零件近净成形的新技术,通过合理利用激光熔池中的原位反应及工艺控制,可以直接制备出具有良好组织及性能的原位钛基复合材料<sup>[6~10]</sup>。F. Wang等<sup>[6,7]</sup>采用激光熔化沉积方法制备出 TiC/Ti6Al4V 及 TiB/Ti6Al4V 复合材料,所制备体积分数为 8% 的 TiC/Ti6Al4V 材料的室温拉伸强度达 1075 MPa,材料几乎没有塑性,加入质量分数为 5% 的 TiB<sub>2</sub> 得到 TiB/Ti6Al4V 复合材料的室温拉伸强度为 1094 MPa,且具有较好的塑性;D. Liu等<sup>[8,9]</sup>采用激光熔化沉积方法制备出体积分数为 10% 的 TiC/TA15 复合材料,600 °C 下的抗拉强度为 625 MPa,600 °C/310 MPa 下的蠕变断裂寿命为 48.5 h;作者<sup>[10]</sup>采用激光熔化沉积方法制备出质量分数为 5% 的 TiC/Ti60 复合材料,600 °C 下的抗拉强度达到 775 MPa。采用低速混料方法制备出细小 TiC 颗粒嵌入较粗 Ti60 粉末的 TiC/Ti60 预混合粉,然后通过激光熔化沉积工艺制备出不含未熔 TiC 颗粒的 TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料,所制备的质量分数为 5% 的 TiC/Ti60 复合材料在 600 °C 下的抗拉强度达到 785 MPa,较基体 Ti60 合金提高约 70 MPa,且具有各向同性的力学性能。本文着重研究所制备的质量分数为 5% 的 TiC<sub>p</sub>/Ti60(文中一律简称为 TiC<sub>p</sub>/Ti60)复合材料在 600 °C 下的高温拉伸持久性能,并与 Ti60 基体合金进行对比分析,通过观察断口形貌及亚断口特征,分析其断裂过程。

## 2 实验过程

实验中使用的原料粉末分别为Ti60合金粉和

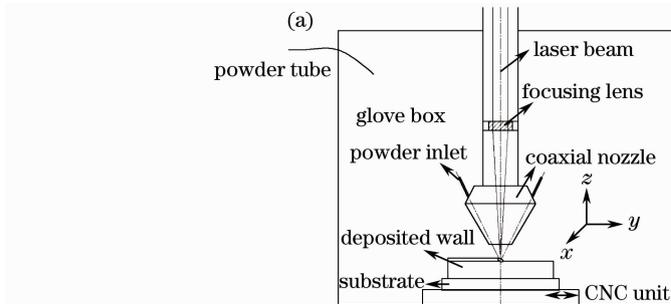


图 2 激光熔化沉积 TiC<sub>p</sub>/Ti60 薄壁示意图(a)及样件(b)

Fig. 2 (a) Schematic diagram for laser direct deposition process and (b) deposited samples

沿薄壁水平方向加工出拉伸试样,高温拉伸持久性能测试在 AG-G 电子万能试验机上完成,测试温度为 600 °C,选取的应力水平分别为 390 MPa 和 310 MPa,加载阶段拉伸头的移动速率为 0.5 mm/min。采用 S-4800 扫描电镜(SEM)观察所制备材料的显微组织、断口形貌以及断口附近侧面(亚断

TiC 粉,其中 Ti60 合金粉的名义成分为 Ti-5.8Al-4.8Sn-2Zr-1Mo-0.35Si-0.85Nd(质量分数),粒径为 38~180 μm, TiC 粉末的粒径为 2~3 μm。通过低速混料的方法制备质量分数为 5% 的 TiC/Ti60 预混合粉,混合粉的形貌如图 1 所示,然后采用激光熔化沉积方法制备出 TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料薄壁样品,采用相同的工艺制备出 Ti60 合金样品。激光熔化沉积在配有 5 kW CO<sub>2</sub> 横流激光器的专用系统上进行,采用焦长为 200 mm 的透射聚焦镜聚焦激光束,光斑直径约为 2 mm,通过多层往复扫描沉积制备出一定高度的薄壁,如图 2 所示。基板选用 TA15 钛合金板,表面经砂纸打磨,丙酮清洗。激光熔化沉积在氩气保护气氛下进行,氧体积分数小于 10<sup>-4</sup>。激光熔化沉积工艺参数为:激光功率 1.5 kW,扫描速度 6 mm/s,送粉速率 5.5 g/min,送粉载气为高纯氩气,气流量 2.5 L/min,每层沉积层的高度为 0.4 mm,薄壁沉积结束后立即经 650 °C,2 h 炉冷的去应力退火处理。

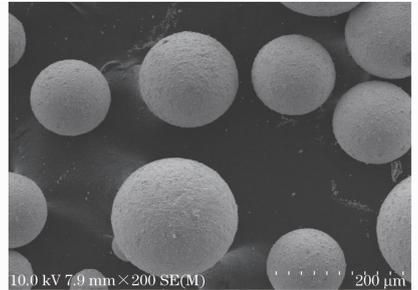


图 1 激光熔化沉积用 TiC<sub>p</sub>/Ti60 混合粉末的形貌

Fig. 1 Morphology of TiC<sub>p</sub>/Ti60 composite powder for laser direct deposition



口)的组织特征,分析材料的高温持久断裂过程。

## 3 结果分析

### 3.1 微观结构

X 射线衍射结果表明,激光熔化沉积 TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料由 α-Ti、β-Ti 和 TiC 相组成。图 3 为

所沉积 Ti60 合金及 TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料的微观组织照片,可见,Ti60 钛合金具有典型的魏氏组织特征,原始 β 晶粒内由不同取向且相互交织的 α 板条及板条间少量的 β-Ti 组成,α 板条的宽度约 1.5 μm,原始 β 晶粒为等轴状,尺寸在 100 μm 左右,与文献[11]中所报道的原始 β 柱状晶形态不同,这主要是因为沉积工艺不同,导致了凝固时温度梯度不同。由图 3(b)可以看出,TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料中 TiC 呈断续链状分布于原始 β 晶界,有部分颗粒状 TiC 分布于基体合金的 α 板条间,TiC 与钛合金界面结合完好。图 3(c)为 TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料经过深腐蚀后的组织,可见,分布于原始 β 晶界的初生 TiC 为典型的树枝

晶。激光熔化沉积 TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料时,TiC 颗粒将通过溶解-析出机制重新形成,由于材料中 C 的含量(质量分数约为 1%)高于 β-Ti 与 TiC 的共晶成分(质量分数为 0.6%),熔化沉积凝固过程中将先析出初生 TiC 树枝晶,当温度降低至共晶温度(1923 K)时,析出 β-Ti 与 TiC 共晶,随后发生由 β-Ti 向 α-Ti 的固态相变,少量 β-Ti 存在于 α-Ti 板条间,共晶 TiC 呈颗粒状或近似等轴状,亦分布于 α-Ti 板条间[图 3(b)]。初生 TiC 树枝晶的存在限制了原始 β-Ti 晶粒的长大(其尺寸约为 70 μm),并导致晶粒内片层 α 相变短变细以及具有相同取向 α 团簇尺寸的减小[图 3(d)]。

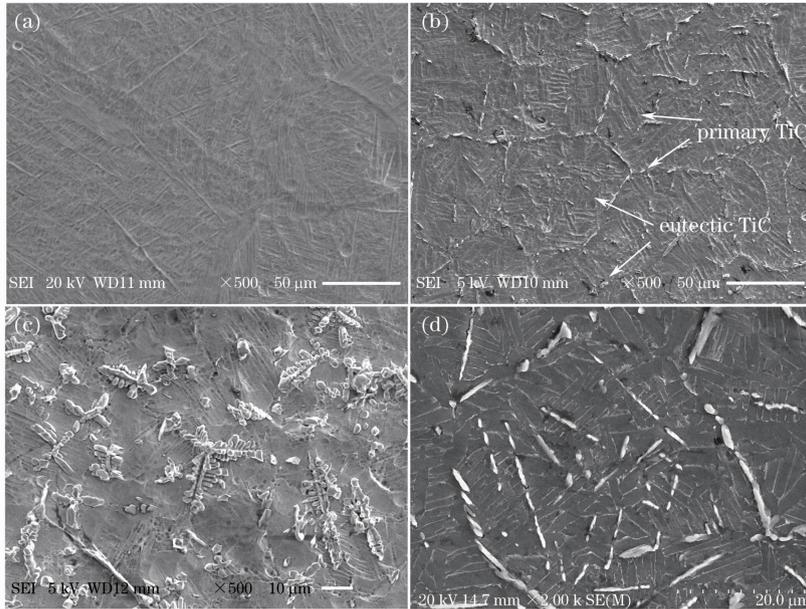


图 3 激光熔化沉积 Ti60 合金(a)及 TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料(b), (c), (d)的微观组织

Fig. 3 Microstructure of laser direct deposited (a) Ti60 alloy, and (b), (c), (d) TiC<sub>p</sub>/Ti60 composites

### 3.2 高温拉伸持久寿命

经测试,激光熔化沉积 Ti60 合金及 TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料在 600 °C 时的拉伸强度分别为 712 MPa 和 785 MPa,参照此结果,选取 600 °C 拉伸持久的测试应力为 390 MPa 和 310 MPa。表 1 为 600 °C 下拉伸持久断裂寿命的测试结果,可见,在 600 °C/390 MPa 条件下,TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料的持久寿命较 Ti60 合金增加了 129%;在 600 °C/310 MPa 条件下,TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料的持久寿命较 Ti60 合金增加了 24%。表 1 中同时给出了激光熔化沉积质量分数为 10% TiC/TA15 复合材料<sup>[9]</sup>以及熔炼铸造质量分数为 8% (TiC+TiB)/Ti6242 复合材料<sup>[5]</sup>的持久寿命。TA15 合金、Ti6242 合金与 Ti60 合金类似,均为近 α 型高温钛合金,具有优异的热强度、可焊性和接近于 αβ 型钛合金的工艺塑性,主要用

于制造飞机发动机零件及关键承力零部件。由表 1

表 1 激光熔化沉积 Ti60 合金及质量分数为 5% 的 TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料的 600 °C 拉伸持久性能

Table 1 Tensile rupture life of laser direct deposited Ti60 alloy and 5% (mass fraction) TiC<sub>p</sub>/Ti60 composites under 600 °C

Sample	Stress / MPa	Creep rupture life / h	δ / %
As-deposited Ti60 alloy	390	19.1	8
As-deposited Ti60 alloy	310	188.0	18
As-deposited TiC <sub>p</sub> /Ti60	390	43.8	10
As-deposited TiC <sub>p</sub> /Ti60	310	232.9	10
As-deposited 10% TiC (volume fraction)/TA15 <sup>[9]</sup>	310	48.5	23
8% (TiC+TiB) (volume fraction)/Ti6242 <sup>[5]</sup>	310	31	

可见,在 600 °C/310 MPa 应力条件下,本研究所制备 TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料的持久寿命是质量分数为 10% TiC/TA15 复合材料的 4.8 倍,是质量分数为 8%(TiC+TiB)/Ti6242 复合材料的 7.5 倍,显示出 TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料在 600 °C 高温条件下较 Ti60 合金及其他钛基复合材料更为优异的高温拉伸持久性能。

TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料在 600 °C 拉伸持久过程中,其持久寿命显著提高的原因主要有以下两方面: 1) 由于原位 TiC 增强相与钛合金基体的良好结合,可实现拉伸应力由基体合金向 TiC 增强相的有效转移。有研究表明,在 TiC/Ti6Al4V 复合材料中,TiC 颗粒的引入将分担部分外加载荷从而降低基体内的应力水平及复合材料整体的蠕变速率<sup>[12]</sup>。2) TiC 的加入导致基体组织的变化,包括组织细化、 $\alpha$  团簇尺寸变小等,提高了基体的抗蠕变性能。有研究指出,在具有网篮状组织的近  $\alpha$  型钛合金中, $\alpha$  板条的厚度及具有相同取向的  $\alpha$  团簇尺寸可决定蠕变过程中位错的滑移距离进而控制钛合金的蠕变速率、基体组织的细化,包括  $\alpha$  板条厚度及团簇尺寸的

减小,将有利于蠕变速率的降低及材料抗蠕变性能的提升<sup>[13]</sup>。

所制备 TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料的高温拉伸持久寿命要明显优于 TiC/TA15 复合材料<sup>[9]</sup> 及 (TiC + TiB)/Ti6242 复合材料<sup>[9]</sup>, 主要与 TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料中 TiC 颗粒尺寸及基体组织更加细小、增强体分布均匀、且没有未熔 TiC 颗粒的存在等因素有关。

### 3.3 高温拉伸断口分析

图 4 为所制备 Ti60 合金的高温持久断口形貌,可看到明显的韧窝及韧窝周边明显的蛇形滑动特征及脊状撕裂棱,表明 Ti60 合金在 600 °C 拉伸持久过程中主要发生了韧性断裂。图 5 为 TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料的高温持久断口形貌,从照片中可以看到在断口处同样有大量韧窝存在,并有部分 TiC 增强体脱粘拔出后留下的深坑形貌,基体中存在明显的撕裂棱特征,说明材料在断裂前基体内发生了一定的塑性变形,基体的断裂方式主要为韧性断裂。高倍图片下,可以清晰看到界面脱粘后的 TiC 颗粒。

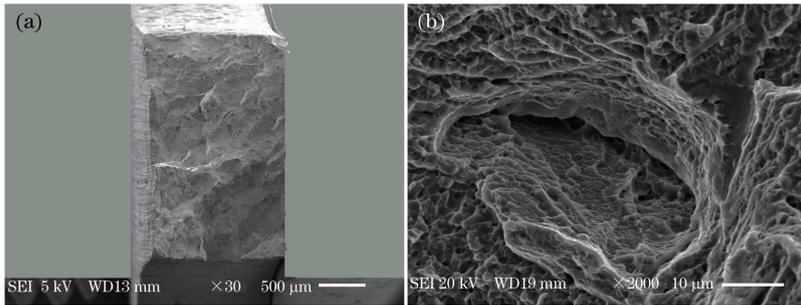


图 4 激光熔化沉积 Ti60 合金在 600 °C/390 MPa 条件下的扫描电镜断口照片

Fig. 4 SEM images showing the tensile rupture surface of Ti60 alloy tested at 600 °C/390 MPa

图 6 为 600 °C 不同应力条件下拉伸持久亚断口的形貌,与观察到的拉伸持久断口特征相一致,可以看到大量 TiC 增强体与基体界面脱粘现象。此外,还观察到另一种损伤形式,即基体内  $\alpha$ -Ti/ $\beta$ -Ti 界面处发生微孔形核及长大从而形成裂纹,这种损伤机制在许多非连续增强复合材料研究中曾被发现<sup>[12]</sup>。界面脱粘后在 TiC 增强体与基体界面处形成微裂纹,微裂纹没有进一步扩展到基体中的迹象。亚断口表面没有发现 TiC 颗粒发生断裂的情况,这是由于试验过程中,施加的试验应力较小(310 MPa、390 MPa),TiC 增强体所承受的内应力很小,没有超过其断裂强度,也就不会发生颗粒断裂。上述现象表明,在 600 °C 蠕变过程中,增强体与基体的

界面处及  $\alpha$ -Ti/ $\beta$ -Ti 的界面处是蠕变过程中容易发生微孔形核的薄弱位置。

TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料在高温拉伸持久过程中,首先在 TiC 增强体与基体界面处发生界面脱粘形成微裂纹;随着应变的增大,界面的脱粘使得基体内应力升高,导致相邻的局部截面有更多的界面脱粘发生以及在  $\alpha$ -Ti/ $\beta$ -Ti 界面处发生微孔形核,从而形成更多的微裂纹;这种连续的界面脱粘使材料的实际承载面积减少,从而在基体中形成很高的应力集中,达到临界值后,基体中按微孔聚集长大机制发生裂纹形核,随后裂纹扩展连接界面脱粘的微裂纹形成主断裂途径,导致基体断裂和材料的最终失效。

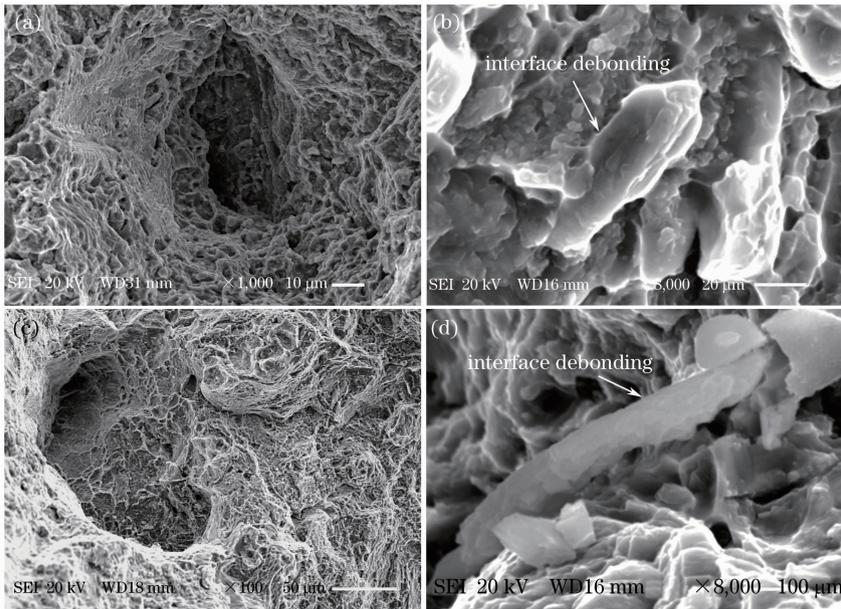


图 5 激光熔化沉积 TiC<sub>p</sub>/Ti60 拉伸持久断裂断口扫描电镜照片。(a), (b) 600 °C/390 MPa; (c), (d) 600 °C/310 MPa  
Fig. 5 SEM images showing the tensile rupture surface of TiC<sub>p</sub>/Ti60 composites tested at (a), (b) 600 °C/390 MPa;  
(c), (d) 600 °C/310 MPa

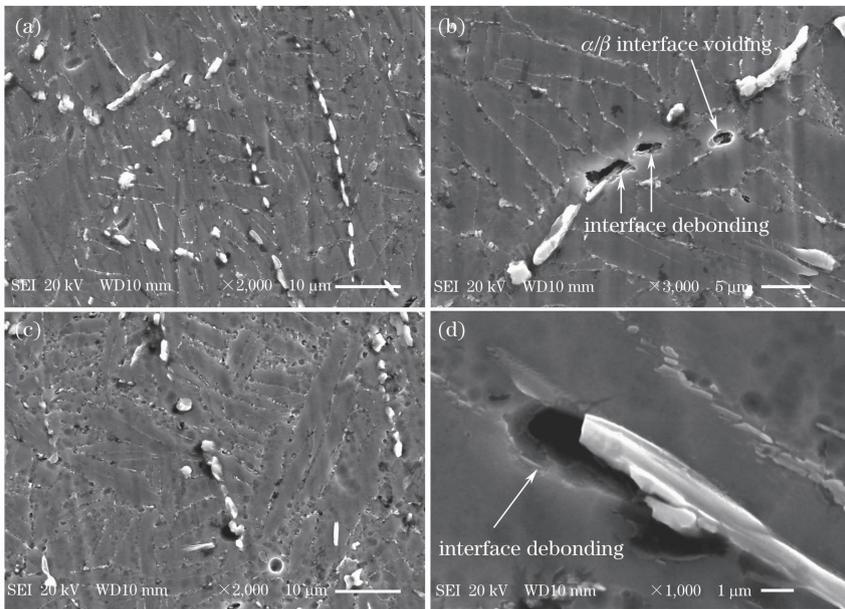


图 6 激光熔化沉积 TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料拉伸持久断裂亚断口 SEM 照片。(a), (b) 600 °C/390 MPa;  
(c), (d) 600 °C/310 MPa

Fig. 6 SEM images showing the longitudinal section of creep ruptured TiC<sub>p</sub>/Ti60 composites tested at  
(a), (b) 600 °C/390 MPa; (c), (d) 600 °C/310 MPa

## 4 结 论

1) 通过激光熔化沉积方法制备出质量分数为 5% 的 TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料,材料中不含未熔化 TiC 颗粒,初生 TiC 呈树枝晶分布于原始 β 晶界,共晶 TiC 呈颗粒状分布于 α-Ti 板条间,TiC 的存在使得基体组织细化。

2) TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料较基体 Ti60 合金及其他钛基复合材料具有更加优异的高温(600 °C)持久寿命:600 °C/390 MPa 和 600 °C/310 MPa 条件下,TiC<sub>p</sub>/Ti60 的持久寿命较 Ti60 合金分别增加了 129% 和 24%。

3) TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料的高温拉伸持久断裂

过程为:TiC增强体与基体界面的脱粘、 $\alpha$ -Ti/ $\beta$ -Ti的界面处微孔形核、长大、横向扩展及连接,最终导致复合材料的失效。

## 参 考 文 献

- 1 S. C. Tjong, Y. W. Mai. Processing-structure-property aspects of particulate- and whisker-reinforced titanium matrix composites [J]. *Compos. Sci. Technol.*, 2008, **68**(3-4): 583~601
- 2 K. Morsi, V. V. Patel. Processing and properties of titanium-titanium boride (TiB<sub>w</sub>) matrix composites-a review [J]. *J. Mater. Sci.*, 2007, **42**(6): 2037~2047
- 3 Z. Y. Ma, S. C. Tjong, L. Gen. In-situ Ti-TiB metal-matrix composite prepared by a reactive pressing process[J]. *Scripta Mater.*, 2000, **42**(4): 367~373
- 4 H. B. Feng, D. C. Jia, Y. Zhou. Spark plasma sintering reaction synthesized TiB reinforced titanium matrix composites [J]. *Composites Part A*, 2005, **36**(5): 558~563
- 5 W. J. Lu, D. Zhang, X. N. Zhang *et al.*. Creep rupture life of in situ synthesized (TiB+TiC)/Ti matrix composites[J]. *Scripta Mater.*, 2001, **44**(10): 2449~2455
- 6 F. Wang, J. Mei, H. Jiang *et al.*. Laser fabrication of Ti6Al4V/TiC composites using simultaneous powder and wire feed[J]. *Mater. Sci. Engng.*, 2007, **445-446**: 461~466
- 7 F. Wang, J. Mei, X. Wu. Direct laser fabrication of Ti6Al4V/TiB[J]. *J. Mat. Proc. Technol.*, 2008, **195**(1-3): 321~326
- 8 D. Liu, S. Q. Zhang, A. Li *et al.*. High temperature mechanical properties of a laser melting deposited TiC/TA15 titanium matrix composite [J]. *J. Alloys Compd.*, 2010, **496**(1-2): 189~195
- 9 D. Liu, S. Q. Zhang, A. Li *et al.*. Creep rupture behaviors of a laser melting deposited TiC/TA15 in situ titanium matrix composite[J]. *Mater. Des.*, 2010, **31**(6): 3127~3133
- 10 Sun Jingchao, Zhang Yongzhong, Huang Can *et al.*. Microstructure and high temperature tensile properties of laser direct deposited Ti60 alloy and TiC<sub>p</sub>/Ti60 composites[J]. *Chinese J. Lasers*, 2011, **38**(3): 0303004  
孙景超, 张永忠, 黄 灿 等. 激光熔化沉积 Ti60 合金和 TiC<sub>p</sub>/Ti60 复合材料的显微组织及高温拉伸性能[J]. 中国激光, 2011, **38**(3): 0303004
- 11 Wang Bin, Zhang Shuquan, Wang Huaming. Rapidly solidified microstructure of Ti60 alloy produced by laser rapid forming process [J]. *Transactions of Materials and Heat Treatment*, 2008, **29**(6): 86~92  
王 彬, 张述泉, 王华明. 激光熔化沉积高温钛合金 Ti60 快速凝固组织[J]. 材料热处理学报, 2008, **29**(6): 86~92
- 12 S. J. Zhu, D. Mukherji. Steady state creep behaviour of TiC particulate reinforced Ti-6Al-4V composite [J]. *Mater. Sci. Engng. A*, 1998, **256**(1-2): 301~307
- 13 R. W. Hayes, G. B. Viswanathan, M. J. Mills. Creep behavior of Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo; the effect of nickel on creep deformation and microstructure[J]. *Acta Mater.*, 2002, **50**(20): 4953~4963

栏目编辑:宋梅梅