

超声振动对激光熔覆及固溶时效 Ti6Al4V 合金组织和性能的影响

张安峰^{1*}, 付涛², 王潭¹, 梁朝阳¹

¹西安交通大学机械工程学院机械制造系统工程国家重点实验室, 陕西 西安 710049;

²西安交通大学生命科学与技术学院生物医学信息工程教育部重点实验室, 陕西 西安 710049

摘要 研究了激光熔覆沉积 Ti6Al4V 过程中超声振动对其沉积态及固溶时效成形件微观组织和力学性能的影响。研究表明, 沉积时超声振动可减小成形件的表面粗糙度和残余应力, 使 β 柱状晶得以细化, 成形件强度和延伸率略有升高。成形件经过固溶时效处理后, 形成了由等轴 α 相、网篮片状 α 相和转变 β 相组成的混合组织, 但晶粒仍然较小, 延伸率较高, 塑性大幅提升, 强度有所降低, 综合力学性能超过了锻件标准。

关键词 激光技术; 激光熔覆; 钛合金; 超声振动; 固溶时效

中图分类号 TG146.23

文献标识码 A

doi: 10.3788/CJL201845.1202004

Effect of Ultrasonic Vibration on Microstructure and Properties of Laser Cladded and Solution-Aging Treated Ti6Al4V Alloys

Zhang Anfeng^{1*}, Fu Tao², Wang Tan¹, Liang Chaoyang¹

¹State Key Laboratory for Manufacturing Systems Engineering, School of Mechanical Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an, Shaanxi 710049, China;

²Key Laboratory of Biomedical Information Engineering of Ministry of Education, School of Life Science and Technology, Xi'an Jiaotong University, Xi'an, Shaanxi 710049, China

Abstract The effect of ultrasonic vibration on the microstructures and mechanical properties of the as-deposited and the solution-aging treated forming parts is investigated during the laser cladding deposition of Ti6Al4V alloys. The research results show that, the ultrasonic vibration during deposition can reduce the surface roughness and residual stress of forming parts, which makes the β columnar grains refined, and the strength and elongation of the forming part increase slightly. As for the forming parts after solution-aging treatment, a mixed structure composed of equiaxed α phase, basket-shaped flaky α phase and converted β phase is formed. However, the grains are still small, the elongation is relatively high, the plasticity increases significantly, and the strength decreases little. The comprehensive mechanical properties overpass the forged part standard.

Key words laser technique; laser cladding; titanium alloy; ultrasonic vibration; solution-aging

OCIS codes 140.3900; 350.3390; 350.3850

1 引 言

钛合金 Ti6Al4V 不仅密度小、比强度高、耐腐蚀性好, 而且具有良好的中温强度和低温韧性, 被广泛应用于航空航天、生物制造等领域, 已成为三维打印技术研究的热点材料之一^[1-3]。但是, Ti6Al4V 合

金激光熔覆成形件的微观组织为贯穿多个熔覆层的粗大柱状晶, 这种粗大柱状晶会影响材料的韧性和疲劳性能, 使之产生较为明显的力学性能各向异性^[3-4]。因此, 在三维打印工程中应用钛合金时, 需要抑制粗大柱状晶的生长, 细化晶粒, 以改善激光熔覆成形件的力学性能^[4-7]。

收稿日期: 2018-07-04; 修回日期: 2018-07-24; 录用日期: 2018-07-30

基金项目: 国家重点研发计划重点专项(2016YFB1100102)、国家自然科学基金(51775417)、陕西省科技统筹创新工程计划(2015KTTSGY03-06)

* E-mail: zhangaf@xjtu.edu.cn

目前报道的细化激光熔覆钛合金晶粒的方法有电磁搅拌、变质处理、超声处理等。其中,电磁搅拌的原理是采用电磁力驱使熔质作周向流动,以此降低熔池温度及凝固界面处的温度梯度,促使材料形成更多的等轴晶^[5-6],从而细化晶粒。变质处理的方法是在钛合金中添加变质剂,通过形成异质形核等抑制柱状晶的生长,达到细化晶粒的目的;但加入变质剂会改变钛合金的成分和性能,因此这种方法的应用受到了一定的限制。超声处理可在沉积时或沉积后进行;在激光熔覆间隙施加超声冲击作用,可以大幅减小残余应力,消除结构缺陷,抑制柱状晶的生长,最终得到细小的等轴晶^[4];而对激光烧结的Ti6Al4V合金进行超声纳米化后处理,可以改善合金表面粗糙度,减少亚表面的孔隙,同时引入较大的压缩残余应力,使钛合金的抗疲劳性能大幅改善^[8]。本文在激光熔覆Ti6Al4V合金过程中引入超声振动,借助超声波对熔体和固液界面的扰动作用,以降低熔池内的温度,达到细化晶粒的目的,并研究了超声振动对沉积态及固溶时效成形件微观组织和力学性能的影响。

2 实验材料与方法

选用以等离子旋转电极法制备的Ti6Al4V合金球形粉体为材料,其粒径为50~100 μm。粉末的主要合金元素和杂质元素有Al、V、Fe、C、O、N、H,对应的质量分数分别为6.1%、4.1%、0.12%、0.01%、0.13%、<0.01%、0.001%。采用自主研发的LCD-1000A型激光熔覆沉积系统制备试样,该设备主要由英国GSI集团生产的JK1002SM型Nd:YAG工业激光器、送粉器、手套箱、数控工作台、控制系统、载粉气及保护气输送系统组成。其中,激光器的最大功率为1000 W,波长为1064 nm,成形时激光经凸透镜聚焦后的光斑直径为0.5 mm。成形过程在氩气环境中进行,并采用氩气作为载粉气。

在进行超声振动辅助激光熔覆沉积时,超声载物台与激光熔覆沉积设备的数控工作台之间采用刚性连接,超声载物台内的换能器(油、水两级冷却)通过信号线与超声波发生器相连。超声波换能器在超声波发生器的驱动下可将高频电振荡信号转换成超声振动,通过固定在超声载物台上的基板将超声波传入熔融的金属熔池中,对液态金属持续作用,从而对金属结晶过程产生影响。根据已有的成形工艺,采用优化的工艺参数制备长方体钛合金成形件,尺寸为45 mm×10 mm×10 mm;沉积工艺参数为:

激光功率150 W,扫描速率10 mm/s,扫描间距0.3 mm,单层提升量0.1 mm,送粉量2.5 g/min。根据前期超声频率及超声电流对IN718合金致密度、残余应力、屈服强度和抗拉强度的影响研究^[9],引入超声振动时选择超声频率为17 kHz,电流为200 mA。无超声振动试样记为S1组,超声振动试样记为S2组。

固溶时效是一种金属材料热处理过程,钛合金在固溶时效时可形成具有强化作用的过饱和亚稳相,其综合力学性能得以改善。对部分沉积态S1、S2组试件按如下条件进行固溶时效热处理:900 °C/1 h/空冷(固溶)+500 °C/4 h/空冷(时效)。

采用时代之峰科技有限公司TR300型粗糙度形状测量仪测量S1、S2组试样的表面粗糙度。制备光学显微试样,采用Kroll's溶液(含体积分数为1%~3%的氢氟酸,2%~6%的硝酸)腐蚀后,在日本Keyence公司生产的VH-600型光学显微镜下观察微观组织。采用爱斯特应力技术有限公司生产的X-350A型X射线应力测定仪测量S1、S2组试样的残余应力。残余应力的测定采用侧倾固定 Ψ 法和交相关定峰法,测得的残余应力取绝对值。测试参数为:CuK α 辐射,电压27 kV,管电流7 mA,倾角 Ψ 分别取0°、24.2°、35.3°、45°, (213)晶面衍射(衍射角约为142°),扫描起始角147°、终止角137°,衍射角扫描步距0.10°,计数时间1 s,应力常数-247 MPa/(°)。首先,在每个试件顶面取6个点,如图1所示,测取各点在x、y方向上的残余应力,取每个方向上的平均值。然后,按照国家标准GB/T 228.1-2010中的方法,把沉积态和固溶处理试件加工成拉伸试样(每组3个试样),在上海发瑞仪器科技有限公司生产的FR-103C电脑控制伺服

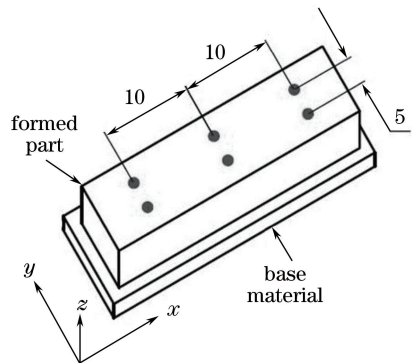


图1 残余应力测试点位置示意图

Fig. 1 Schematic of point locations for residual stress measurement

型万能材料试验机上进行室温拉伸实验,采用日本日立公司生产的 SU-8010 型场发射扫描电镜观察断口。

3 结果与分析

由于 Ti6Al4V 合金熔点高、热容量大、导热率小,在成形过程中热量容易累积而不易散失,因此表面容易粘粉,形成类似烧结的松散结构,导致其表面粗糙度较高。成形件 S1 的顶面和侧面粗糙度分别为 $R_{a,top} = 35.1 \mu\text{m}$ 和 $R_{a,side} = 28.2 \mu\text{m}$,见表 1。与成形件 S1 相比,超声振动成形件 S2 的粗糙度较小,

表 1 Ti6Al4V 试样的表面粗糙度和残余应力

Table 1 Surface roughness and residual stress of Ti6Al4V samples

Sample	$R_{a,top}/\mu\text{m}$	$R_{a,side}/\mu\text{m}$	σ_x/MPa	σ_y/MPa
S1	35.1 ± 0.9	28.2 ± 0.9	342.5 ± 48.8	204.3 ± 40.6
S2	26.6 ± 0.7	21.3 ± 0.5	249.8 ± 30.2	187.2 ± 34.1

图 2 所示是采用多元合金柱状晶向等轴晶转变 (CET)模型^[12]计算得到的 Ti6Al4V 的 CET 曲线图,其中阴影部分为实验凝固条件的大致转变范围,带箭头的曲线描述了熔池的凝固过程:沿固液界面,从熔池底部到顶部方向的温度梯度逐渐减小,凝固速率逐渐增大。可以看出,激光熔覆 Ti6Al4V 的凝固组织绝大部分落在柱状晶的生长范围内,即使熔池顶部出现等轴晶转变,在下一层熔覆时等轴晶也会被重熔掉。因此,凝固组织中形成了贯穿多个熔覆层,沿沉积方向生长的柱状 β 晶粒,如图 3(a)、(b)所示。由于 β 晶粒具有不同的晶体取向,因此其宏观组织呈现出明暗交替的柱状生长现象。采用激光熔化沉积方法制备 Ti6Al4V 合金单墙体,当扫描速率降低到 0.24 m/min 时,微观组织可由柱状晶转变为细小的等轴晶^[13],因此在实验中应该控制扫描速率,以促进柱状晶向等轴晶的转变。

在熔池凝固过程中,会发生高温 $\beta \rightarrow \alpha$ 固态相变,在极高的冷却速率下 β 相会通过非扩散切变转

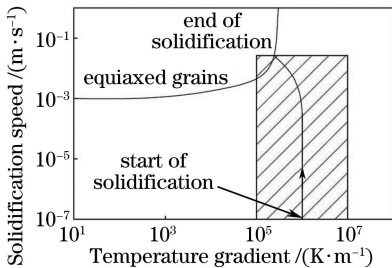


图 2 Ti6Al4V 合金的柱状晶向等轴晶转变的曲线图

Fig. 2 Columnar-equiaxed transition (CET) plot of Ti6Al4V alloy

其顶面和侧面粗糙度分别下降了 24.5%、24.2%;同时,超声振动也减小了成形件 S2 的表面残余应力, x 、 y 方向上的残余应力 σ_x 、 σ_y 分别减小了 27.1%、8.4%。宏观上,在超声场的空化和声流等作用下^[10-11],熔池流动性得到改善,温度分布更加均匀,有利于减小成形件的表面粗糙度、应变和热应力。微观上,超声振动可以打碎由初生枝晶交错形成的固态结晶网,有利于减小枝晶间产生的拉应力;同时,超声振动也可以促进位错反应的发生,使材料产生微观塑性变形、残余应力峰值减小,从而达到更加稳定的状态。

变为马氏体 α' 相。在高倍显微镜下可以看出, β 晶粒内含有大量平行或交叉分布的细针状马氏体 α' 相,如图 3(a')、(b')所示。肖振楠等^[14]的研究结果表明,利用激光选区熔化技术成形的 TC4 钛合金中也形成了细针状马氏体组织,但几乎不存在 β 相。究其原因可能是由于凝固偏析,初生 β 晶界比晶粒内的溶质饱和度更高,冷却过程中 α 相在初生 β 晶界优先析出,部分 α 相集束向晶粒内生长。

比较图 3(a)、(b)可以看出,成形件 S1 的 β 柱状晶平均宽度约为 345 μm ,而施加超声振动后制备的成形件 S2 的柱状晶平均宽度降低到约为 250 μm 。这是因为,超声空化作用在熔池中产生了空化泡,而空化泡崩溃时在熔体中会产生高压冲击波,使局部熔体的凝固温度显著升高,有效过冷度增大,形核率增大, β 柱状晶得到细化。

试样 S1、S2 的室温拉伸测试结果见表 2。由表 2 可见,两组试样的屈服强度 σ_s 和抗拉强度 σ_b 高于锻件标准;但延伸率 δ 和断面收缩率 ψ 较低,未达到锻件标准。两组试样的断口形貌均具典型的韧窝特征,如图 4(a)、(b)所示,韧窝都小且浅,与表 2 中塑性值较低的结果一致。在外加载荷作用下,拉伸件会发生剧烈的位错滑移和堆积,导致变形大的区域产生大量微孔,或因夹杂物-金属基体界面脱离而产生微孔,这些微孔不断长大、聚集而形成韧窝。

在 β 相变点以下对沉积态试样进行固溶时效处理,结果发现,与处理前的组织相比,部分初生 α 相仍然存在,但出现一定程度的粗化,长宽比显著减小;初生 β 晶粒相邻晶界间明区和暗区的过渡现象

消失,β晶界变得粗大和不连续,如图3(c)、(d)所示。β晶粒内和晶界处还析出了大量针片状次生α相和一些粗大的等轴α相。故微观组织为由等轴α相、网篮片状α相和转变β相组成的混合组织。肖

振楠等^[14]也发现,经过940℃/1h/水淬(固溶)处理后,激光选区熔化技术成形TC4钛合金的β相含量增加,晶粒长大,形成交错的α+β网篮组织,强度明显减弱,塑性升高。

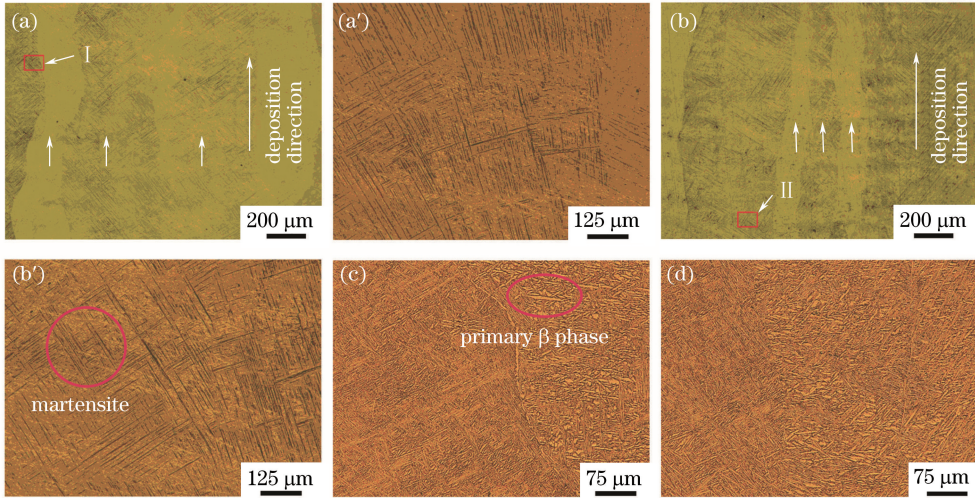


图3 Ti6Al4V 试样的光学显微照片。(a)(a') S1 及 I 区放大图,沉积态;
(b)(b') S2 及 II 区放大图,沉积态;(c)(d) S1, S2, 固溶时效

Fig. 3 Optical images of Ti6Al4V samples. (a)(a') S1 and high magnification of zone I, as-deposited;
(b)(b') S2 and high magnification of zone II, as-deposited; (c)(d) S1, S2, solution-aging treated

表2 试样拉伸测试结果
Table 2 Tensile test results of samples

Material	σ_s /MPa	σ_b /MPa	δ / %	ψ / %
S1	1045 ± 15	1056 ± 2	4.3 ± 0.4	4.7 ± 0.3
S1, solution-aging treated	953 ± 16	952 ± 4	8.8 ± 2.5	11.3 ± 0.8
S2	1056 ± 2	1155 ± 1	13.5 ± 0.7	10.7 ± 2.5
S2, solution-aging treated	952 ± 4	1058 ± 7	22.7 ± 3.8	26.0 ± 4.6
Forged part	825	895	8	20

固溶时效试样的强度略低于沉积态试样的,但塑性提高了1~1.4倍。因为采用固溶时效方法处理后,Ti6Al4V合金初生β晶界的连续性被破坏,其阻碍变形的作用减弱,导致材料的塑性升高,强度降低;另外,三相组织中的等轴α相能起到变形协调作用,也有利于提高塑性。从表2可以看出,固溶处理试样S2的晶粒仍小于固溶处理试样S1的,前者的晶内滑移系的数目较多,晶粒转动时的可协调性更好,晶界更易于滑动,因此,固溶处理S2试样的延伸率δ更大、塑性更好。从拉伸断口可以看出,两组试样均为韧性断裂,且固溶时效试样的韧窝比沉积态试样的更大、更深,如图4(c)、(d)所示,也表明固溶时效处理提高了成形件的塑性。

4 结 论

Ti6Al4V合金激光熔覆成形件的粗大柱状晶会影响材料的韧性和疲劳性,通过在激光熔覆中施加超声振动及进行固溶时效处理,获得了满足锻件标准的成形件,得出如下结论。

1) 激光熔覆沉积时,施加超声振动减小了Ti6Al4V成形件的表面粗糙度和残余应力,β柱状晶得到细化,拉伸件的强度和延伸率略有升高。

2) 成形件经过固溶时效处理后,形成了由等轴α相、网篮片状α相和转变β相组成的混合组织,拉伸件的塑性大幅提高,晶粒仍然较小,延伸率较高,塑性增加,强度有所降低,其综合力学性能超过了锻件标准。

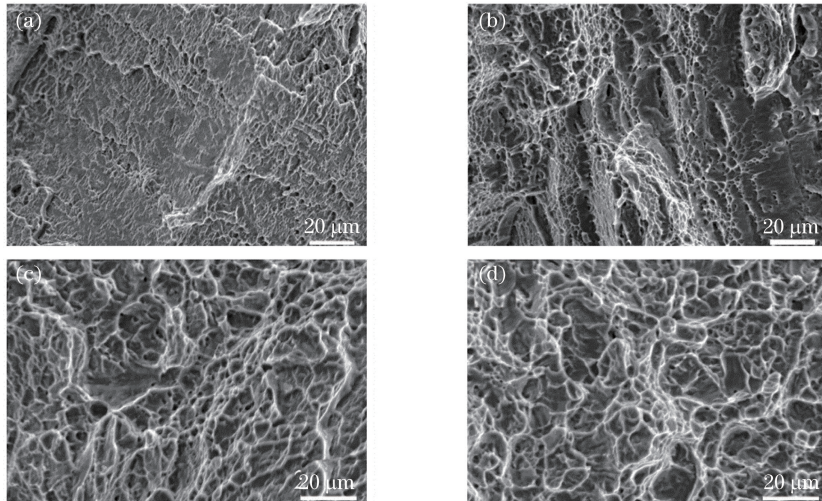


图 4 Ti6Al4V 试样的拉伸断口形貌。(a)(b) S1,S2,沉积态;(c)(d) S1,S2,固溶时效
Fig. 4 Tensile fracture morphologies of Ti6Al4V samples. (a)(b) S1, S2, as-deposited;
(c)(d) S1, S2, solution-aging treated

参 考 文 献

- [1] Brandl E, Schoberth A, Leyens C. Morphology, microstructure, and hardness of titanium (Ti-6Al-4V) blocks deposited by wire-feed additive layer manufacturing (ALM) [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2012, 532: 295-307.
- [2] Baufeld B, van der Biest O, Gault R. Additive manufacturing of Ti-6Al-4V components by shaped metal deposition: Microstructure and mechanical properties[J]. *Materials & Design*, 2010, 31: S106-S111.
- [3] Kim J S, Kibble K, Stanford M. Quantitative analysis on the anisotropic behaviour of superplastic deformation in laser melted (LM) Ti-6Al-4V alloy [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2012, 532: 236-244.
- [4] Zhang M X, Liu C M, Shi X Z, *et al.* Residual stress, defects and grain morphology of Ti-6Al-4V alloy produced by ultrasonic impact treatment assisted selective laser melting[J]. *Applied Sciences*, 2016, 6(11): 304.
- [5] Yang G, Zhao E D, Qin L Y, *et al.* Effect of electromagnetic stirring on melt pool solidification of laser melting TA15 titanium alloy [J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2017, 46(4): 966-972.
杨光, 赵恩迪, 钦兰云, 等. 电磁搅拌对激光熔凝 TA15 钛合金熔池凝固研究 [J]. *稀有金属材料与工程*, 2017, 46(4): 966-972.
- [6] Yang G, Xue X, Qin L Y, *et al.* Influence of a rotating magnetic field on laser melting titanium alloy melt pool [J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2016, 45(7): 1804-1810.
- 杨光, 薛雄, 钦兰云, 等. 旋转磁场对激光熔凝钛合金熔池的影响 [J]. *稀有金属材料与工程*, 2016, 45(7): 1804-1810.
- [7] Donoghue J, Antonysamy A A, Martina F, *et al.* The effectiveness of combining rolling deformation with wire-arc additive manufacture on β -grain refinement and texture modification in Ti-6Al-4V [J]. *Materials Characterization*, 2016, 114: 103-114.
- [8] Zhang H, Chiang R, Qin H F, *et al.* The effects of ultrasonic nanocrystal surface modification on the fatigue performance of 3D-printed Ti64 [J]. *International Journal of Fatigue*, 2017, 103: 136-146.
- [9] Wang T, Zhang A F, Liang S D, *et al.* Research on as-deposited microstructures and properties of IN718 parts by ultrasonic vibration-assisted laser metal forming [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2016, 43(11): 1102005.
王潭, 张安峰, 梁少端, 等. 超声振动辅助激光金属成形 IN718 沉积态组织及性能的研究 [J]. *中国激光*, 2016, 43(11): 1102005.
- [10] Li H, Li C, Li Z X. Progress in power ultrasound effect on molten metal shaping and its visualization [J]. *Journal of Materials Engineering*, 2017, 45(5): 118-126.
李红, 李灿, 栗卓新. 功率超声在金属熔体成形中的作用效应及其可视化研究进展 [J]. *材料工程*, 2017, 45(5): 118-126.
- [11] Guo F, Luo P L, Bi Q, *et al.* Review on metal melt treatment technology using with ultrasonic field [J]. *Metal Materials and Metallurgy Engineering*, 2008,

- 36(1): 59-64.
- 郭峰, 罗沛兰, 毕秋, 等. 金属熔体超声细化处理技术的研究进展[J]. 金属材料与冶金工程, 2008, 36(1): 59-64.
- [12] Lin X, Li Y M, Wang M, *et al.* Columnar to equiaxed transition during alloy solidification [J]. Science in China Series E, 2003, 46(5): 475-489.
- [13] Li L Q, Wang J D, Wu C C, *et al.* Temperature field of molten pool and microstructure property in laser melting depositions of Ti6Al4V [J]. Chinese Journal of Lasers, 2017, 44(3): 0302009.
- 李俐群, 王建东, 吴潮潮, 等. Ti6Al4V 激光熔化沉积熔池温度场与微观组织特性[J]. 中国激光, 2017, 44(3): 0302009.
- [14] Xiao Z N, Liu T T, Liao W H, *et al.* Microstructure and mechanical properties of TC4 titanium alloy formed by selective laser melting after heat treatment [J]. Chinese Journal of Lasers, 2017, 44(9): 0902001.
- 肖振楠, 刘婷婷, 廖文和, 等. 激光选区熔化成形 TC4 钛合金热处理后微观组织和力学性能[J]. 中国激光, 2017, 44(9): 0902001.