

退火方式对激光沉积 TA15 钛合金组织 及力学性能的影响

钦兰云¹, 徐丽丽¹, 杨光^{1*}, 王文东², 倪家强², 尚纯¹

¹沈阳航空航天大学航空制造工艺数字化国防重点学科实验室, 辽宁 沈阳 110136;

²沈阳飞机工业(集团)有限公司, 辽宁 沈阳 110034

摘要 以 TA15 球形粉末为原料, 利用激光沉积制造方法制备了 TA15 钛合金厚壁件, 研究了单重退火和双重退火对 TA15 钛合金显微组织和室温拉伸性能及各向异性的影响。结果表明, 两种退火方式下 α 相的组织形貌存在明显差异, 室温拉伸性能受到 β 柱状晶晶界影响, 呈现出高强度低塑性的特征, 沉积方向上的组织变形较大; 双重退火对强度及塑性的各向异性具有改善作用; 随退火温度的升高, 单重退火下的显微硬度变化不明显, 而双重退火下的显微硬度略微增大。

关键词 激光技术; 力学性能; 退火方式; 显微组织; 激光沉积制造; TA15 钛合金

中图分类号 TG146.2+3

文献标识码 A

doi: 10.3788/CJL201845.0302004

Effect of Annealing Method on Microstructure and Mechanical Properties of TA15 Titanium Alloys by Laser Deposition Manufacturing

Qin Lanyun¹, Xu Lili¹, Yang Guang¹, Wang Wendong², Ni Jiaqiang¹, Shang Chun¹

¹Key Laboratory of Fundamental Science for National Defence of Aeronautical Digital Manufacturing Process, Shenyang Aerospace University, Shenyang, Liaoning 110136, China;

²Shenyang Aircraft Industry (Group) Corporation Ltd., Shenyang, Liaoning 110134, China

Abstract By using TA15 spherical powder as the raw material, the bulk specimens of TA15 titanium alloy are formed by laser deposition manufacturing. The effects of single-annealing and duplex-annealing on microstructures, tensile properties at room temperature, and anisotropy of TA15 titanium alloys are studied. The results show that, there exist significant differences in the α -phase morphologies under the two annealing methods, tensile properties at room temperature are characterized by high strength and low plasticity due to the influence of β columnar grain boundary, and the deformation in the deposition direction is relatively large. The duplex-annealing can make obvious improvements on the strength and plastic anisotropy. The micro hardness under single-annealing is hardly influenced by the increase of annealing temperature, in contrast, that under duplex-annealing increases slightly.

Key words laser technique; mechanical properties; annealing method; microstructure; laser deposition manufacturing; TA15 titanium alloy

OCIS codes 140.3390; 350.3390; 160.3900

1 引 言

TA15 钛合金是一种可在 500 °C 下长时间工作的高铝当量近 α 型钛合金, 其名义成分为

Ti6Al2Zr1Mo1V(6%, 2%, 1%, 1% 分别指对应组分所占的质量分数), 具有比强度高、抗蠕变性好、耐高温等优良的综合力学性能, 并具有较好的焊接性能和加工塑性, 因此被广泛应用于航空航天领

收稿日期: 2017-08-07; 收到修改稿日期: 2017-09-19

基金项目: 国家重点研发计划(2016YFB1100504)、国家自然科学基金(51505301, 51375316)、辽宁省自然科学基金(2015020118)

作者简介: 钦兰云(1977—), 女, 博士, 副教授, 主要从事激光沉积制造和修复技术方面的研究。E-mail: qinly@sau.edu.cn

* 通信联系人。E-mail: yangguang@sau.edu.cn

域^[1-4]。激光沉积制造技术是以合金粉末为原料,以粉末同步送进为特征,通过激光熔化/快速凝固的方法逐层沉积,进而完成全致密、高性能金属结构件的近净成形制造^[5-6]。与传统制造技术相比,增材制造技术具有柔性高、无模具、周期短、不受零件结构和材料限制等一系列优点,在航空航天、汽车、军工等领域得到了广泛应用^[7-10]。

激光沉积 TA15 钛合金的组织与性能与锻铸制件明显不同,因此热处理工艺也存在差异。在激光沉积制造过程中,由于激光能量密度大、散热方向单一等问题,TA15 钛合金成形件的组织粗大不均匀,且其力学性能具有各向异性。热处理对显微组织和强度塑性具有调控作用,可以去除应力,因此,必须对激光沉积制造的 TA15 钛合金成形件进行热处理。TA15 钛合金的热处理工艺主要是退火,杨光等^[11-14]对激光沉积制造 TA15 钛合金退火处理后的显微组织及力学性能进行了研究。由文献^[15]和^[16]可知,双重退火对 TA15 钛合金 α 型的形貌及尺寸影响显著,因此研究双重退火对激光沉积制造钛合金的影响具有重要意义。

本文研究了退火方式(单重退火和双重退火)及

取样方向对激光沉积制造 TA15 钛合金显微组织和力学性能的影响。在单重退火处理的基础上,深入对比分析了单重退火与双重退火对力学各向异性的影响和制件的组织及性能差异,为后续寻找激光沉积制造 TA15 钛合金合适的热处理方法,完善其热处理工艺和提高制件的综合性能提供了参考。

2 实 验

激光沉积制造 TA15 钛合金实验厚壁件如图 1 所示。沉积材料选用直径为 47~165 μm 的 TA15 球形粉末,基材为 TA15 钛合金。实验前对粉末进行真空烘干处理,并对基材待沉积表面进行打磨,使用丙酮擦洗基材并吹干,保护气体及载粉气体均采用氩气,并严格控制保护箱内氧气含量及水含量。实验选用的激光器的额定功率为 6 kW,激光波长为 1024 nm,激光功率为 2000~2200 W,扫描速度为 11 $\text{mm}\cdot\text{s}^{-1}$,送粉速率为 7.8 $\text{g}\cdot\text{min}^{-1}$,光斑直径为 4 mm,采用短边单向往复扫描方式(如图 1 所示),搭接率为 50%,单层抬升量为 0.8 mm。拉伸试样沿沉积方向(Z 方向)和扫描方向(XY 方向)的取样示意图如图 1 所示。

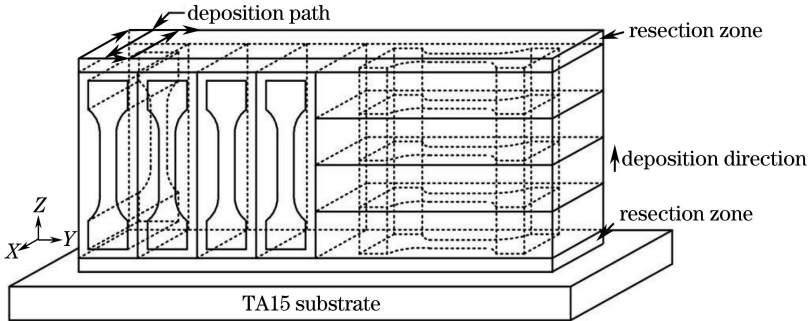


图 1 激光沉积方式及拉伸试样取样方向示意图

Fig. 1 Schematic of laser deposition method and sampling direction of tensile specimen

试样的热处理工艺曲线如图 2 所示。单重退火工艺为 800 $^{\circ}\text{C}$ 、120 min、空气冷却(AC)和 900 $^{\circ}\text{C}$ 、120 min、AC。双重退火第一阶段退火工艺与单重

退火工艺相同,第二阶段采用 650 $^{\circ}\text{C}$ 、120 min、AC 退火工艺。退火处理后制备图 3 所示的拉伸试样。

金相试样经镶嵌、预磨和抛光后,采用 Kroll 试

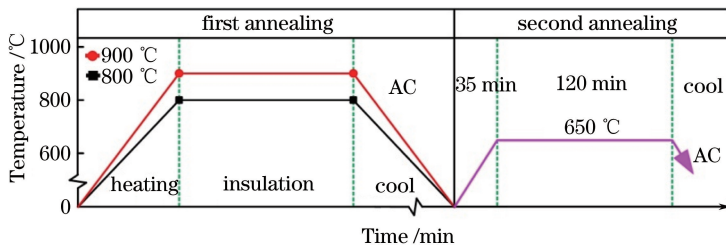


图 2 单重退火及双重退火工艺曲线

Fig. 2 Process curves of single-annealing and double-annealing

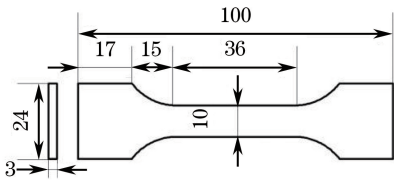


图 3 拉伸试样尺寸

Fig. 3 Dimensions of tensile sample

剂(HF、HNO₃、H₂O 体积分数比为 1:6:7)进行腐蚀。采用北京欧亚图科技有限公司生产的 GX51 OLYMPUS 光学金相显微镜(OM)和德国卡尔蔡司生产的 ZEISS SIGMA 扫描电子显微镜(SEM)对金相试样进行显微组织分析;利用济南凯瑞试验机制造有限公司生产的 HVS-1000A 数显显微硬度计测试试样的显微硬度值,载荷为 200 g,保载时间为 10 s;通过吉林省三度试验设备有限公司生产的朗杰 100 电液伺服材料试验机测试力学性能;采用 Nano Measurer 软件测定 α 相的长宽比。

3 结果与分析

3.1 显微组织

激光沉积 TA15 钛合金试样的显微组织如图 4 所示其中 A800 表示 800 °C 下单重退火试样,A900 表示 900 °C 下单重退火试样,DA800 表示 800 °C 下双重退火试样,DA900 表示 900 °C 下双重退火试样。沉积态试样宏观组织为典型的初生 β 柱状晶组织,如图4(a)所示,微观组织为典型的网篮组织,如

图 4(b)所示,具有 α 片层组织,片层厚度相差不大,厚度约为 0.5 μm。图 4(c)和图 4(d)所示为经过单重退火处理的显微组织,图 4(e)和图 4(f)所示为经过双重退火处理的显微组织,随着退火温度的升高以及退火方式的不同,α 相的组织形貌发生了明显变化。经 800 °C 单重退火后,大部分 α 片层组织呈现出各向同性,局部 α 呈现出较大的各向异性,部分 α 相具有很大的长宽比,局部区域 α 相的长宽比较小,部分 α 相板条状组织的层厚差异较大,如图 4(c)所示。α 相在图 4(d)中更加明显,由原来的长细针状变为长粗棒状,由于 α 相的各向异性生长,大部分 α 相被不同方向长大的 α 相所截断,变成短粗棒状,部分出现 α 相短粗片丛。经双重退火处理后,试样显微组织的变化更显著。图 4(e)中显微组织细小且均匀,α 相呈短棒状并发生较明显的椭球化现象。α 片层组织的长宽比都会随着第一阶段退火温度的升高而增大,如图 4(f)所示,且 α 团束极少,α 片层尺寸均匀,层间的 β 转变组织量显著增大。可见第二阶段的 650 °C/120 min/AC 热处理使 β 相发生了分解,出现了短棒状或近似椭球状的 α 相,使 α 相长宽比明显减小,组织更加均匀,随着片层组织的逐渐增大,层间发生了互相截断的现象,这种现象使 α 片层组织的长宽比不会很大,如图 5(a)所示。且由图 5(b)可知,单重退火下 α 相长宽比的平均值明显大于双重退火,双重退火对组织形貌及尺寸的改善具有明显作用。

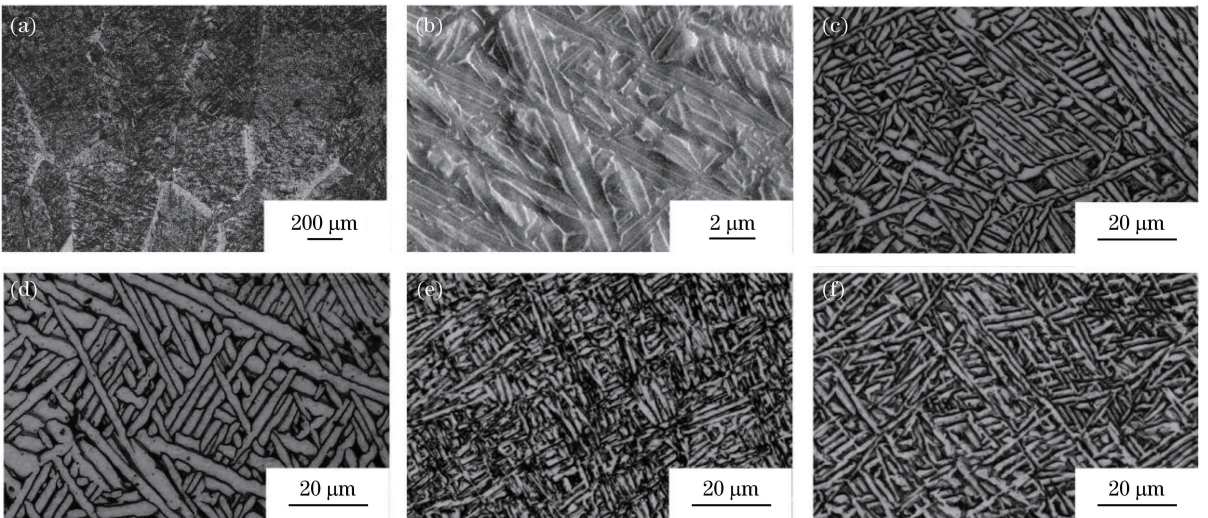


图 4 沉积态和退火态试样的显微组织。(a)沉积态 OM 照片;(b)沉积态 SEM 照片;
(c) A800;(d) A900;(e) DA800;(f) DA900

Fig. 4 Microstructures of as-deposited and annealing samples. (a) As-deposited OM image;
(b) as-deposited SEM image; (c) A800; (d) A900; (e) DA800; (f) DA900

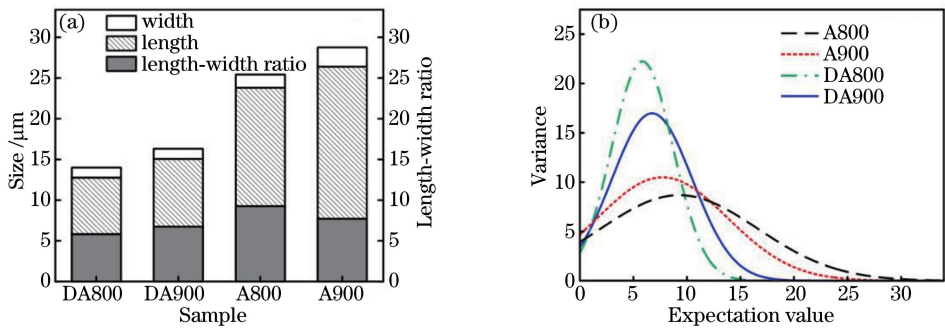


图 5 (a) α 相尺寸分布; (b) α 相长宽比正态分布曲线

Fig. 5 (a) Size distributions of α phase; (b) normal distribution curves of length-width ratio of α phase

3.2 室温拉伸性能

图 6 为试样的室温拉伸性能柱状图,其中 σ_b 为抗拉强度, δ 为延伸率, Ψ 为断面收缩率。对比单重退火和双重退火可知,两种退火方式下试样室温拉伸性能均不同程度地表现出高强低塑特征。单重退火时,随着退火温度的升高, Z 向及 XY 方向上的抗拉强度及塑性均呈现出不同程度的提高,且 XY 方向上抗拉强度略高于 Z 向,而 Z 方向上的延伸率及断面收缩率明显大于 XY 方向。这是由于在激光沉积过程中形成了粗大的初生 β 柱状晶,散热方向单一,柱状晶单一方向生长,

并且生长方向与沉积方向(Z 向)相同,造成扫描方向(XY 向)上的晶界数量较多,且晶界对滑移具有阻碍作用,因此两种方向上的抗拉强度及塑性出现差异。与单重退火相比,双重退火在保证两个方向上具有较高强度的基础上,还提高了塑性。试样经不同温度的双重退火处理后,其抗拉强度均高于同等温度下的单重退火,同时提高了沉积方向上的抗拉强度;同等温度下双重退火试样在两种方向上的延伸率均大于单重退火,XY 向的延伸率得到明显增大;Z 向断面收缩率也明显增大,但 XY 方向略微减小。

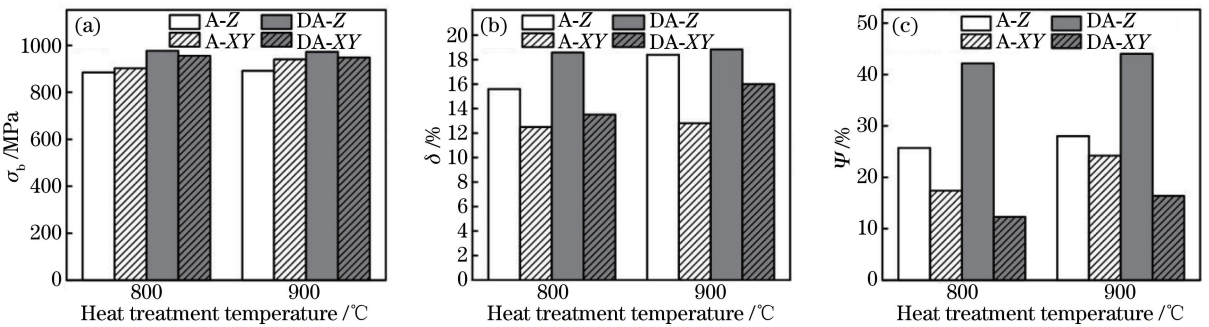


图 6 退火后试样的室温拉伸性能。(a) 抗拉强度; (b) 延伸率; (c) 断面收缩率

Fig. 6 Tensile properties at room temperature of specimen after annealing. (a) Tensile strength; (b) elongation; (c) percentage reduction of area after fracture

图 7 所示为断口附近的显微组织,可以看出,两种退火方式下试样 Z 向的变形程度均大于 XY 向。单重退火下 α 片层组织的长宽比较大,组织呈板条状,Z 向 α 片层组织变形明显,近似平行于拉伸力方向,且越靠近断口这种现象越明显;XY 向存在晶界阻碍,导致相邻 α 片层组织之间存在阻碍作用,故 XY 向的变形程度较沉积方向的小。相比于单重退火,双重退火在两个方向上均存在与单重退火类似的变化,但双重退火拉伸试样断口多为起伏走势,而单重退火拉伸试样断口走势较平稳,这与两种退火方式后显微组织的差异有关:单重退火下 α 相的长

宽比较大, α 相形貌多为片层组织,在拉伸力作用下, α 相滑移伸长,裂纹穿过 α 相,最后 α 相发生断裂,由于 α 相的长宽比较大,因此形成的断口较平整;而在双重退火下, α 相形貌呈短棒状,裂纹穿过 α 相的同时还沿着 α 相进行扩展,因此出现断口形貌起伏不平整的现象。

3.2.1 各向异性分析

以沉积方向数据为横轴,扫描方向数据为纵轴,得到图 8 所示的力学性能各向异性分布图。当坐标值接近虚线时,力学性能的各向异性为最小或表现为各向同性。由图 8(a)可知,单重退火在两种温度

下的抗拉强度均较小且各向异性分散性较大;而双重退火下的抗拉强度分布于虚线附近,且分布在虚线偏下方,说明Z向的抗拉强度比XY向的高,同时整体上各向异性较小。由图8(b)可知,单重退火及双重退火的延伸率分散性均较大,大部分位于虚线下方,双重退火略优于单重退火,说明两种退火方

式下沉积方向的延伸率较好。由图8(c)可知,双重退火的断面收缩率整体偏向于横轴,两种方向上各向异性较大;单重退火的断面收缩率分布在虚线附近,但分散性较大,整体上大于双重退火。由此可见,与单重退火相比,双重退火对室温拉伸性能的各向异性具有明显的改善作用。

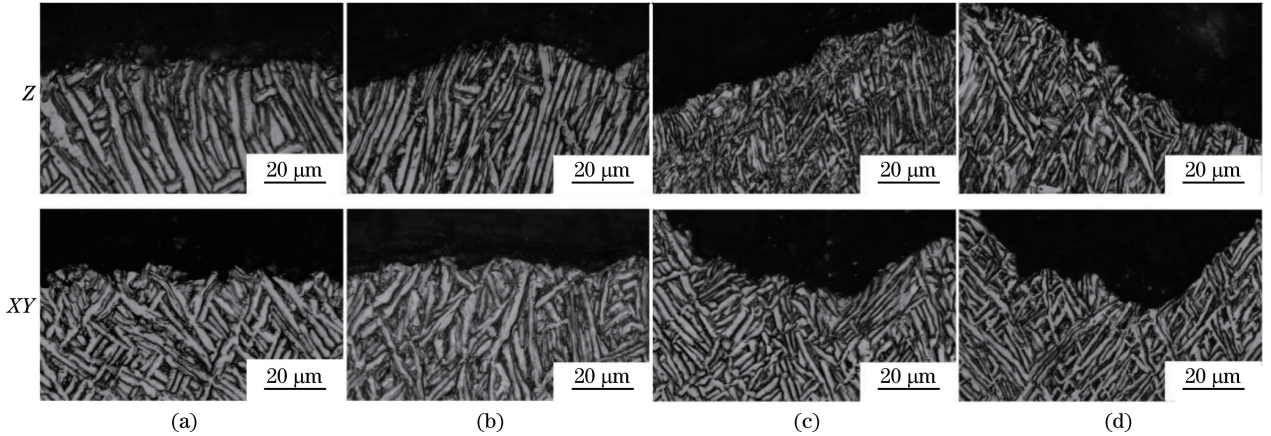


图7 拉伸断口附近的显微组织。(a) A800;(b) A900;(c) DA800;(d) DA900

Fig. 7 Microstructures near tensile fractures. (a) A800; (b) A900; (c) DA800; (d) DA900

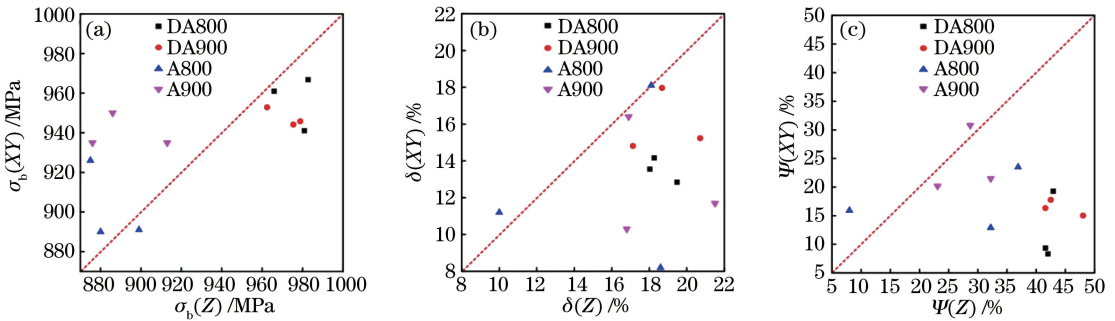


图8 力学性能各向异性分布图。(a)抗拉强度;(b)延伸率;(c)断面收缩率

Fig. 8 Anisotropic distributions of mechanical properties. (a) Tensile strength; (b) elongation; (c) percentage reduction of area after fracture

双重退火后室温拉伸性能各向异性得到明显改善,这是因为双重退火使柱状晶晶界α相发生部分消融,如图9所示。800℃下单重退火后仍存在明显连续的晶界α相,而退火温度为900℃时晶界α相与晶界两侧α相融合,使得塑性得到明显提高,如图9(a)和图9(b)所示。由图9(c)和图9(d)可知,随着双重退火温度的逐渐升高,晶界α相的消融程度逐渐增大。双重退火导致晶界α相发生消融,断续的晶界仍清晰可见。由于晶界两侧的α相团束组织比晶界内部的α相生长得更加充分,因此柱状晶晶界两侧α相团束组织的α相长宽比较大,这不同于柱状晶内部短棒状或近似椭球状的α相。随着双重退火温度的升高,晶界α相消融程度逐渐增加,使晶界

两侧组织出现融合,因此晶界的阻碍作用逐渐消失。与单重退火相比,双重退火对晶界α相的消融作用更大。但晶界α相消融后,晶界两侧不同α相团束组织间依然存在滑移变形阻力,故沉积方向上的塑性好于垂直沉积方向上的。

3.2.2 显微硬度

试样显微硬度如图10所示,在相同退火方式下,随着退火温度的升高,单重退火下的显微硬度变化不明显,而双重退火下的显微硬度略微增大。当退火温度为800℃时,两种退火方式下的显微硬度相差不大,900℃时双重退火的显微硬度略大,但整体波动不大,平均约为500HV。由此可见,退火方式及退火温度对显微硬度的影响不大。

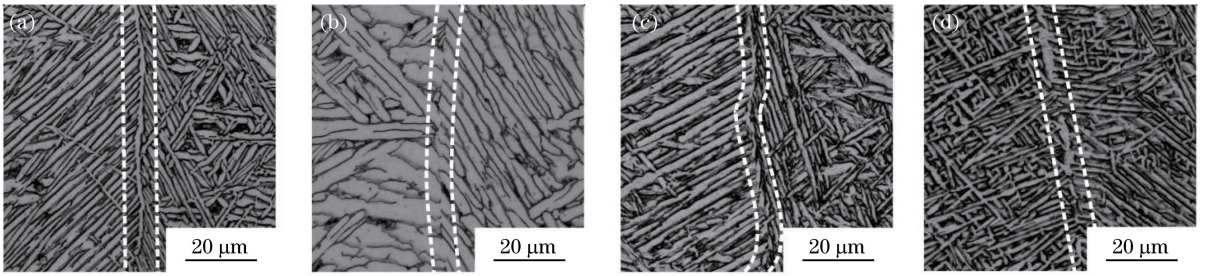


图 9 柱状晶晶界显微组织。(a) A800;(b) A900;(c) DA800;(d) DA900

Fig. 9 Microstructures at columnar grain boundary. (a) A800; (b) A900; (c) DA800; (d) DA900

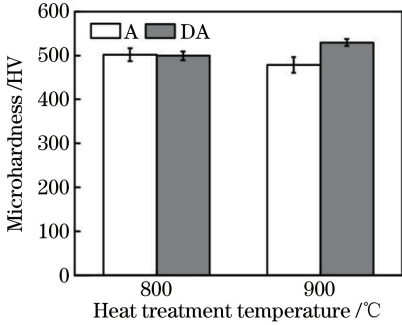


图 10 不同退火方式下的显微硬度

Fig. 10 Microhardness under different annealing methods

4 结 论

利用激光沉积制造方法制备了 TA15 钛合金厚壁件,研究了单重退火和双重退火对 TA15 钛合金显微组织和室温拉伸性能及各向异性的影响,得到以下结论。

1) 激光沉积制造 TA15 钛合金沉积态宏观组织为贯穿多个沉积层的柱状晶,微观组织为典型的网篮组织。随着退火温度的升高以及退火方式的不同,α 相的组织形貌发生了明显变化:单重退火下 α 相的长宽比较大,双重退火使 α 相的长宽比减小,组织形貌更加均匀细小。

2) 两种退火方式下试样的室温拉伸性能存在不同程度的高强低塑特征,但双重退火在保证两种方向上具有较高强度的基础上,还提高了塑性。另外,退火方式及退火温度对显微硬度的影响不大。

3) 双重退火明显改善了试样的拉伸性能各向异性,对晶界 α 相的消融作用更大,但晶界两侧不同的 α 团束组织仍存在滑移变形阻力,造成沉积方向上的塑性优于垂直沉积方向上的塑性。

参 考 文 献

[1] Yang G, Wang W D, Qin L Y, *et al.* Effect of annealing temperature on microstructure and

mechanical properties of laser deposited TA15 titanium alloys[J]. Chinese Journal of Lasers, 2016, 43(12): 1202007.

杨光, 王文东, 钦兰云, 等. 退火温度对激光沉积 TA15 合金组织及性能的影响[J]. 中国激光, 2016, 43(12): 1202007.

[2] Li X W, Sha A X, Zhang W F, *et al.* TA15 alloy and its application prospect in aircraft structure[J]. Titanium Industry Progress, 2003, 20(4/5): 90-94. 李兴无, 沙爱学, 张旺峰, 等. TA15 合金及其在飞机结构中的应用前景[J]. 钛工业进展, 2003, 20(4/5): 90-94.

[3] Tang Z, Yang H, Li Z C, *et al.* Microstructure evolution analysis and numerical simulation of TA15 titanium alloy during hot compressive deformation [J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2008, 18(4): 722-727.

唐泽, 杨合, 孙志超, 等. TA15 钛合金高温变形微观组织演变分析与数值模拟[J]. 中国有色金属学报, 2008, 18(4): 722-727.

[4] Hong Q, Zhang Z Q. Hot deformation behavior of Ti-6Al-2Zr-1Mo-1V alloy[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2001, 21(1): 10-12.

洪权, 张振祺. Ti-6Al-2Zr-1Mo-1V 合金的热变形行为[J]. 航空材料学报, 2001, 21(1): 10-12.

[5] Nobuki M, Hashimoto K, Tsujimoto K, *et al.* Deformation of TiAl intermetallic compound at elevated temperature [J]. Journal of the Japan Institute of Metals and Materials, 1986, 50(9): 840-842

[6] Yang Q, Lu Z L, Huang F X. Research status and development trend of laser aided manufacturing technology [J]. Aeronautical Manufacturing Technology, 2016, 12: 26-31.

杨强, 鲁中良, 黄福享. 激光增材制造技术的研究现状及发展趋势[J]. 航空制造技术, 2016, 12: 26-31.

[7] Melchels F P W, Domingos M A N, Klein T J, *et al.* Additive manufacturing of tissues and organs [J]. Progress in Polymer Science, 2012, 37(8): 1079-1104.

- [8] Buchbinder D, Schleifenbaum H, Heidrich S, *et al.* High power selective laser melting (HP SLM) of aluminum parts[J]. *Physics Procedia*, 2011, 12: 271-278.
- [9] Lu F X. Market analysis of laser processing in industrial manufacturing [J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2009, 46(9): 24-28.
卢飞星. 激光加工在工业制造业中的市场分析[J]. *激光与光电子学进展*, 2009, 46(9): 24-28.
- [10] Murr L E, Martinez E, Amato K N, *et al.* Fabrication of metal and alloy components by additive manufacturing: Examples of 3D materials science[J]. *Journal of Materials Research and Technology*, 2012, 1(1): 42-54.
- [11] Xie X X, Zhang S Q, Tang H B, *et al.* Influence of annealing temperature on microstructure and properties of laser melted deposited TA15 titanium alloy [J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2008, 37(9): 1510-1515.
谢旭霞, 张述泉, 汤海波, 等. 退火温度对激光熔化沉积 TA15 钛合金组织和性能的影响[J]. *稀有金属材料与工程*, 2008, 37(9): 1510-1515.
- [12] Yuan H, Fang Y L, Wang H M. Influence of heat treatment on microstructure and compressive properties of laser melted deposited TA15 titanium alloy [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2010, 39(4): 746-750
袁红, 方艳丽, 王华明. 热处理对激光熔化沉积 TA15 钛合金组织及压缩性能的影响[J]. *红外与激光工程*, 2010, 39(4): 746-750.
- [13] Xi M Z, Gao S Y, Liu B, *et al.* Effect of scanning pattern and annealing heat treatment on microstructure and mechanical properties of TA15 titanium alloy formed by laser rapid forming process [J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2014, 43(2): 445-449.
席明哲, 高士友, 刘博, 等. 扫描方式和退火热处理对激光快速成形 TA15 钛合金组织与性能的影响[J]. *稀有金属材料与工程*, 2014, 43(2): 445-449.
- [14] Yang G, Wang W D, Qin L Y, *et al.* Effect of annealing treatment and deposition direction on microstructure properties and microstructures of laser deposited manufacturing TA15 titanium alloy [J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2016, 45(12): 3295-3301.
杨光, 王文东, 钦兰云, 等. 退火处理及沉积方向对激光沉积 TA15 钛合金组织和性能的影响[J]. *稀有金属材料与工程*, 2016, 45(12): 3295-3301.
- [15] Zhu J C, He D, Yang X W, *et al.* EBSD study on dual heat treatment and microstructure evolution of TA15 titanium alloy [J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2013, 42(2): 382-386.
朱景川, 何东, 杨夏炜, 等. TA15 钛合金双重热处理工艺及其微观组织演化的 EBSD 研究[J]. *稀有金属材料与工程*, 2013, 42(2): 382-386.
- [16] Zhang A L, Zhu H L, Tang F. The effect of duplex annealing on microstructure and mechanical properties of laser produced Ti60A alloy [J]. *Manned Spaceflight*, 2015, 21(4): 346-350.
张阿莉, 朱洪来, 唐飞. 双重退火对激光增材制造 Ti60A 合金显微组织和力学性能的影响[J]. *载人航天*, 2015, 21(4): 346-350.