

感应加热辅助 Si 细化激光熔覆沉积 TC4 晶粒的研究

李丽君¹, 王豫跃¹, 张安峰², 梁朝阳², 李青宇², 张金智², 张晓星¹

¹西安交通大学金属材料强度国家重点实验室, 陕西 西安 710049;

²西安交通大学机械制造系统工程国家重点实验室, 陕西 西安 710049

摘要 在 TC4 粉末中加入不同含量的 Si 粉末进行激光熔覆沉积试验,研究了感应加热对试样微观组织的影响。结果表明,在没有引入感应加热的沉积态试样中, Si 能够有效地细化柱状晶,柱状晶宽度由 285.5 μm 减小至 12.1 μm 。引入感应加热后,试样中柱状晶的宽度未变,但沉积方向上的部分柱状晶被打断,没有形成贯穿生长;晶内组织为 α 集束,且 α 片层上析出无规则呈弥散分布的硅化物。

关键词 激光技术; 激光熔覆沉积; 感应加热; TC4; 柱状晶

中图分类号 TG146.2+3

文献标识码 A

doi: 10.3788/CJL201845.0602006

Silicon Refinement of TC4 Grains by Induction Heating Assisted Laser Cladding Deposition

Li Lijun¹, Wang Yuyue¹, Zhang Anfeng², Liang Chaoyang², Li Qingyu²,
Zhang Jinzhi², Zhang Xiaoxing¹

¹State Key Laboratory for Mechanical Behavior of Materials, Xi'an Jiaotong University,
Xi'an, Shaanxi 710049, China;

²State Key Laboratory for Manufacturing Systems Engineering, Xi'an Jiaotong University,
Xi'an, Shaanxi 710049, China

Abstract The Si powders of different contents are added into the TC4 powders and the laser cladding deposition experiment is conducted. The influence of induction heating on the microstructures of samples is investigated. The results show that, as for the as-deposited samples without the introduction of induction heating, Si can effectively refine the columnar crystals and thus their widths decrease from 285.5 μm to 12.1 μm . In contrast, after the introduction of induction heating, the widths of the columnar crystals do not change, but part of the columnar crystals in the direction of deposition are broken and thus the throughout growth does not form. In addition, the crystals consist of a large number of α colony, and the irregular and dispersed silicide precipitations occur in α lamellar.

Key words laser technique; laser cladding deposition; induction heating; TC4; columnar crystal

OCIS codes 140.3390; 350.3390; 160.3900

1 引 言

钛合金具有高比强度、低密度、良好的断裂韧性、低弹性模量和良好的耐热性等特点^[1],被广泛应

用于航空领域,是航空发动机风扇、压气机轮盘和叶片等重要构件的首选材料之一^[2-3]。

增材制造通过“离散+堆积”的方式,利用电子束或激光束将粉末或丝材熔化后进行逐层累积,是

收稿日期: 2017-12-19; 收到修改稿日期: 2018-01-22

基金项目: 国家重点研发计划(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)

作者简介: 李丽君(1994—),女,硕士研究生,主要从事高性能钛合金激光增材制造方面的研究。

E-mail: llj1994@stu.xjtu.edu.cn

导师简介: 王豫跃(1972—),男,博士,副教授,硕士生导师,主要从事激光熔覆、真空冷喷涂及超音速火焰喷涂等方面的研究。E-mail: wangyy@xjtu.edu.cn(通信联系人)

一种“自下而上”的制造方法^[4-5]。增材制造技术具有加工周期短、材料利用率高、工艺简单等优点^[6],具有十分广阔的应用前景。Merreddy 等^[7]研究发现,通过在纯 Ti 中添加质量分数为 0.75% 的 Si,能够有效细化电弧增材制造过程中产生的柱状晶。然而,关于 Si 在激光熔覆沉积 TC4 中的应用研究鲜有报道。

在激光熔覆沉积 TC4 的凝固过程中,基板与沉积层的温度梯度较大,而凝固速度较小,这使得 TC4 的组织为贯穿整个熔覆层的柱状晶,导致力学性能呈各向异性,影响了其在工程上的应用。目前,常见的研究局限于利用感应加热进行修复、减少缺陷、减小残余应力等,利用感应加热辅助激光熔覆沉积的研究鲜有报道。卞宏友等^[8]研究发现,随着感应预热温度的增大,利用激光熔覆沉积 TA15 钛合金粉末得到的片层 α 组织变得粗大,初生 α 相生长充分,组织分布均匀,显微硬度及残余应力较小。梁少端等^[9]通过感应加热辅助激光熔覆沉积,对 DZ125L 高温合金进行了修复,解决了 DD4 合金在成形过程中的熔覆层开裂问题。本文引入感应加热技术,通过物理方法减小了激光熔覆沉积 TC4 过程中的温度梯度,抑制了柱状晶的贯穿生长,研究了感应加热对激光熔覆沉积 TC4 微观组织的影响。

2 试验材料和过程

2.1 试验条件

采用自主研发的 LCD-1000A 激光熔覆沉积系统进行试验,该系统由英国 GSI 公司生产的 JK1002SM 光纤激光器、天津宇力科技有限公司生产的 DPSF-2 型双桶送粉器、手套箱、数控工作台、控制系统、载粉器及保护气输送系统等组成。感应加热辅助激光熔覆沉积系统的原理图^[9]如图 1 所示。感应加热设备为 25 kW 中频感应加热器,频率范围为 1~20 kHz,加热温度范围为 400~1200 °C。

表 2 激光熔覆沉积工艺参数

Table 2 Process parameters of laser cladding deposition

Sample	Laser power /w	Scanning speed / (mm·s ⁻¹)	Powder feeding rate / (g·min ⁻¹)	Overlapping distance /mm	Z increment / mm	Induction heating temperature /°C
As-deposited state	210	8	2.5	0.25	0.08	0
Induction heating state	210	8	2.5	0.25	0.08	900

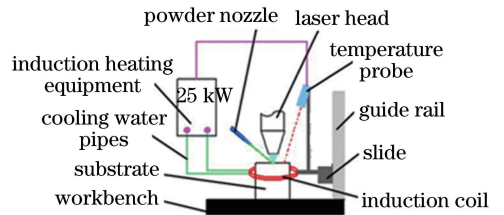


图 1 感应加热辅助激光熔覆沉积系统的原理图^[9]

Fig. 1 Schematic of induction heating assisted laser cladding deposition system^[9]

2.2 试验材料及方法

试验材料为 TC4 粉末及 Si 粉末,粉末的参数见表 1。在 TC4 粉末中添加不同质量分数的 Si 粉,将粉末按预定比例配制后混合均匀,随后将混合粉末放入真空干燥箱干燥,在经过打磨和丙酮清洗的 TC4 基板上进行激光熔覆沉积试验。试验工艺参数见表 2。成形件是直径为 7 mm、高为 5 mm 的圆柱体。利用线切割方式将成形件切下,镶样后进行打磨、抛光、腐蚀处理,再进行金相观察。试验分为两组:1) 沉积态试验,Si 粉的加入量(质量分数,全文同)分别为 0,0.5%,1.0%,1.5%,2.0%,3.0%;2) 感应加热态试验,感应加热温度为 900 °C,Si 粉加入量分别为 0,0.5%,1.0%,1.5%,2.0%。

2.3 柱状晶宽度的测量方法

采用截点法对晶粒宽度进行测量:用垂直于柱状晶生长方向的直线截取晶粒,若测量总长度为 L ,截过的晶粒数为 N ,则柱状晶平均宽度为 L/N ,多次划线使得测量的柱状晶个数大于 100,对结果取平均值,从而获得柱状晶的平均宽度。

表 1 原料粉末参数

Table 1 Parameters of raw material powders

Powder	Preparation method	Morphology	Particle size / μm
TC4	Plasma rotation electrode process	Spherical	45-100
Si	Pneumatic milling	Irregular	30

3 结果与讨论

3.1 Si 对沉积态 TC4 β 柱状晶的影响

激光熔覆沉积不同 Si 含量 TC4 合金沿沉积方向的微观形貌如图 2 所示,相应的柱状晶平均宽度随 Si 含量的变化如图 3 所示。由图 3 可知,随着 Si 含量的

增大,成形件中的柱状晶宽度明显减小,由最初的 285.5 μm 减小至 12.1 μm 。当 Si 的含量小于 2.0% 时,成形件的柱状晶宽度随 Si 含量的增大而减小,但柱状晶依旧贯穿整个熔覆层。当 Si 的含量达到 2.0% 时,即使继续加入 Si,柱状晶宽度的变化也不明显,每个柱状晶的长度约为 100 μm ,与一层熔覆层的高度相同。

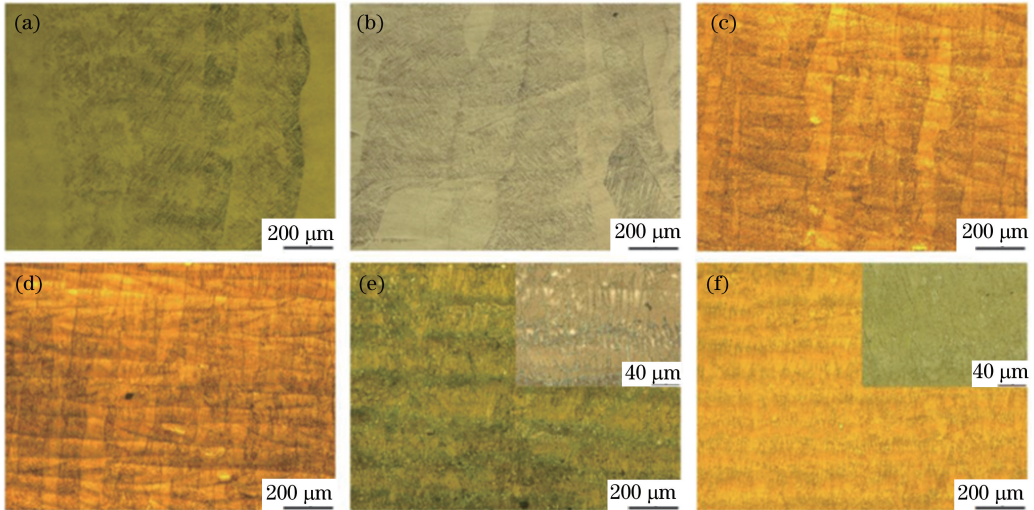


图 2 不同 Si 含量的 TC4 合金的显微照片。(a) 0%;(b) 0.5%;(c) 1.0%;(d) 1.5%;(e) 2.0%;(f) 3.0%

Fig. 2 Micrographs of TC4 alloys with different Si contents. (a) 0%; (b) 0.5%; (c) 1.0%; (d) 1.5%; (e) 2.0%; (f) 3.0%

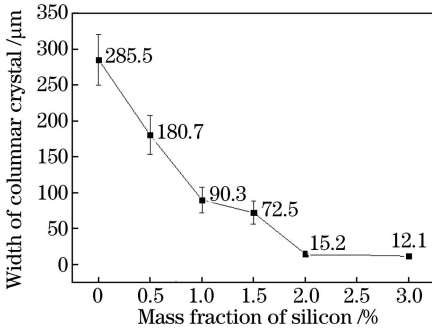


图 3 TC4 合金的柱状晶宽度随 Si 含量的变化

Fig. 3 Width of columnar crystal of TC4 alloy versus Si content

Si 元素能够有效细化钛合金晶粒,这是因为在凝固过程中 Si 能够引起成分过冷,从而促进形成新的晶核,减小了枝晶间距。这种成分过冷的机制与细化钛合金的成分过冷机制类似^[10],如图 4 所示。在激光熔覆沉积过程中,粉末在激光照射下融化成为液相,此时 Si 原子能够在液相中完全溶解。熔池温度降低,TC4 合金熔体开始凝固,熔体中出现 β 相的晶核,溶质 Si 被排除并富集在固液界面的前沿,引起成分过冷和界面失稳。因此,液相中会出现更多的 β 相晶核。由 Ti-Si 相图可知,富集在 β 相前沿的液相 Si 将与剩余的少量液相发生伪共晶反

应,生成 Ti_3Si_5 粒子,再经包析转变生成 Ti_3Si ,如图 4(c)所示。因此,硅化物一般都是沿着晶界析出,当温度下降到相变点之下时, β 相转变为 α 相。由此可知,激光熔覆沉积不同 Si 含量 TC4 合金室温下的组织由 α 相、 β 相和沿晶界析出的硅化物组成。

然而,当 Si 的加入量过大时,在凝固的过程中会析出较多的硅化物,这会减小 Si 在成分过冷时的含量,从而降低成分过冷的程度,阻碍 β 相的形核。因此, Si 对钛合金的晶粒细化存在临界点,超过临界点后,继续增加 Si 的含量,晶粒尺寸基本不发生变化。试验中 Si 含量的临界点约为 2%。

3.2 沉积态硅化物的形态与分布

激光熔覆沉积 Si 含量为 1.0% 的 TC4 合金的扫描电镜(SEM)形貌及能谱仪(EDS)分析结果如图 5 所示。从 EDS 分析结果可知,只有 Si 元素聚集在晶界处,而其他元素分布均匀,由此判断图 5 中杆状的析出物为硅化物。由 EDS 分析结果可得, Si 的原子数分数为 26.22%, Ti 的原子数分数为 73.78%,结合相图判断该硅化物可能为 Ti_3Si 。当 Si 的加入量较小时,硅化物沿晶界呈杆状分布,随着 Si 含量的增大,更多的硅化物析出,由杆状分布转变为网状分布,激光熔覆沉积 Si 含量为 3.0% 的 TC4 合金的 SEM 形貌如图 6 所示。硅化物的析出使得晶界变得更加清晰。

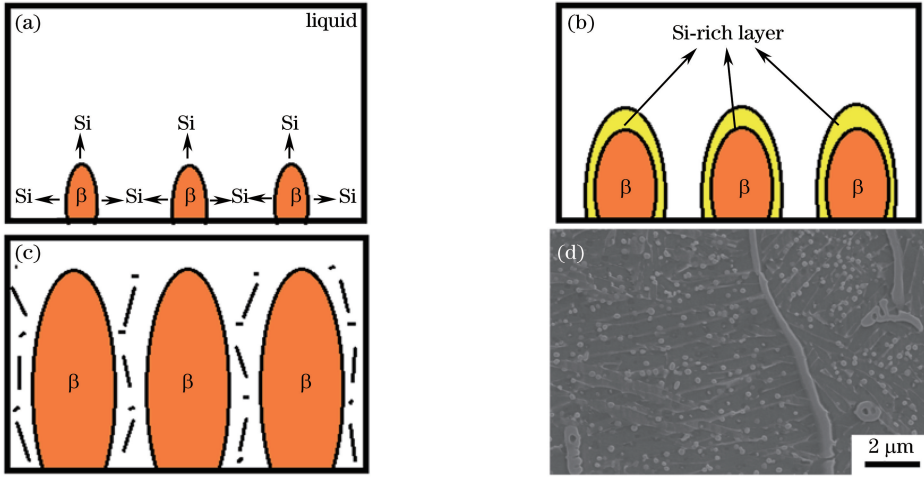


图 4 Si 细化钛合金柱状晶示意图。(a) β 相形核;(b) Si 引起成分过冷;(c) 共晶反应;(d) 沿晶界析出的硅化物
Fig. 4 Schematic of Si refining columnar crystals of titanium alloy. (a) Formation of β nuclei;
(b) Si induced constitutional supercooling; (c) eutectoid reaction; (d) silicide precipitated along grain boundary

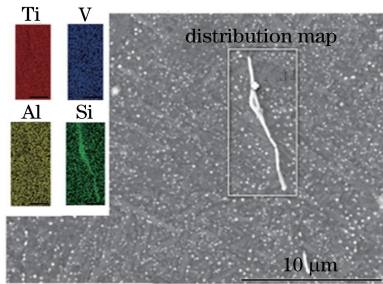


图 5 Si 含量为 1.0% 的 TC4 合金的 SEM 形貌及 EDS 分析结果
Fig. 5 SEM morphology and EDS analysis results of
TC4 alloy with Si content of 1.0%

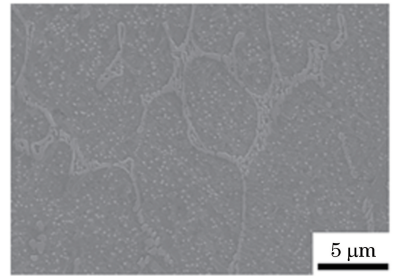


图 6 Si 含量为 3.0% 的 TC4 合金的表面网状硅化物
Fig. 6 Surface reticulation silicide of TC4 alloy
with Si content of 3.0%

3.3 感应加热对 β 柱状晶的影响

当感应加热温度为 900 °C 时,不同 Si 含量 TC4

合金的微观形貌如图 7 所示。可以看出,在感应加热的作下,含 Si 的 TC4 合金的部分柱状晶没有

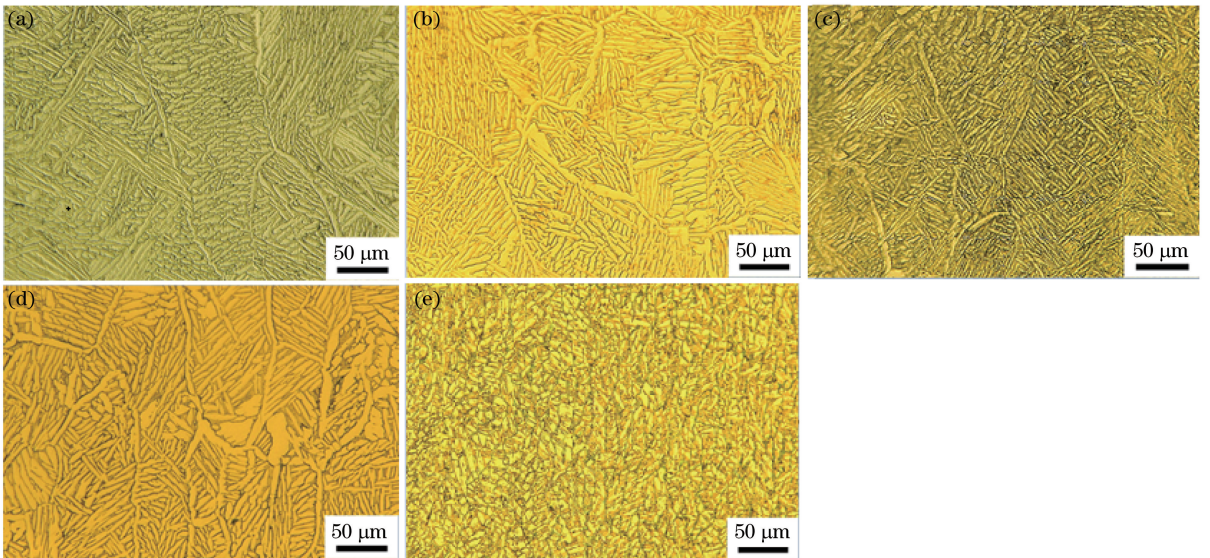


图 7 感应加热辅助激光熔覆沉积不同 Si 含量 TC4 的显微形貌。(a) 0%;(b) 0.5%;(c) 1.0%;(d) 1.5%;(e) 2.0%
Fig. 7 Micromorphologies of TC4 alloys with different Si contents by induction heating assisted laser cladding deposition.
(a) 0%; (b) 0.5%; (c) 1.0%; (d) 1.5%; (e) 2.0%

贯穿生长,这是因为在钛合金的激光熔覆沉积过程中,沿着固液界面从熔池底部到顶部的温度梯度逐渐减小,凝固速率逐渐增大。TC4 合金的柱状晶向等轴晶转变(CET)仿真曲线^[11]如图 8 所示。在 TC4 合金成形的过程中,大部分组织处于柱状晶的生长范围内,仅在熔池的顶部出现了柱状晶向等轴晶的转变,而在下一层熔覆过程中,等轴晶被重熔掉,柱状晶会沿着原先的晶粒外延生长。感应加热有效减小了沉积层与基体之间的温度梯度,并且使成形过程中的温度场更加均匀。图 8 所示的阴影部分左移,熔池顶部的等轴晶层变厚;当等轴晶层厚度足够大时,等轴晶层不能完全被重熔,此时进行下一层熔覆柱状晶会沿着小的等轴晶继续外延生长,因此,部分柱状晶没有贯穿整个熔覆层生长。

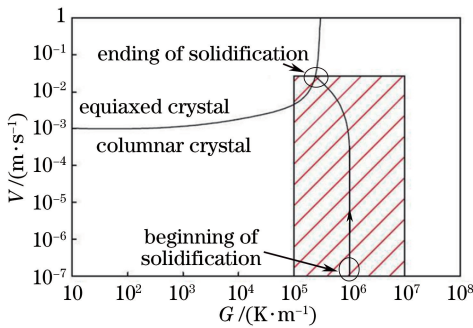


图 8 TC4 合金的 CET 仿真曲线^[11]

Fig. 8 CET simulation curves of TC4 alloy^[11]

3.4 感应加热对 α 相的影响

由激光熔覆沉积试验可知,未引入感应加热时, β 柱状晶内部的微观组织含有大量平行交叉的细针状马氏体 α' 相,部分平行的 α 集束沿着初生 β 晶界析出并向晶内生长。当感应加热温度为 900 °C 时,针状马氏体消失, β 晶内几乎全部为有序的 α 集束, α 片层变得粗大,长径比变小。

TC4 合金的连续冷却相变曲线^[12]如图 9 所示,其中 M_s 为发生马氏体转变的温度。当不进行感应加热时,基体的温度较低且底部通有循环冷却水,熔池冷却速率可达 $10^5 \text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ 。在熔池冷却凝固的过程中, β 相不能发生完全 α 相转变,部分 β 相通过非扩散切变的形式转变为马氏体 α' 相,形成大量垂直交叉的马氏体。此外,沉积层与基体的温度梯度较大,这使得熔池中绝大部分的热量以热传导的方式通过基体沿垂直向下的方向散失,晶粒逆着热流方向外延生长。引入感应加热后,沉积层与基体的温度梯度减小,熔池的冷却速率也减小, α 相开始析出,晶界明显变宽。沉积层的温度一直保持着高温,

散热困难,故熔池的冷却速度降低,组织有足够的时间长大;且沉积层与基体之间有足够的时间通过熔池进行对流传热,热影响区域的面积增加,温度梯度的方向由垂直于扫描方向向平行于扫描方向转变,因此,感应加热态中片层 α 组织宽度变大,长径比减小^[8]。

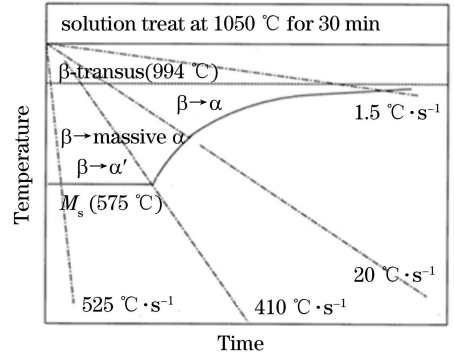


图 9 TC4 合金的连续冷却相变曲线^[12]

Fig. 9 Continuous cooling transformation curves of TC4 alloy^[12]

3.5 感应加热对硅化物形态与分布的影响

当感应加热温度为 900 °C 时, Si 含量为 1.5% 的激光熔覆沉积 TC4 合金的 SEM 形貌如图 10 所示。可以看出,在引入感应加热后,硅化物的形貌发生了变化,沿晶界分布的长杆状转变为弥散分布在 α 片层中的不规则形状,且尺寸减小,粒径为 $1\sim 5 \mu\text{m}$ 。

1340 °C 下 Si 在 β 钛中的最大固溶度(质量分数,下同)为 3.0%;860 °C 下 Si 在 α 钛中的最大固溶度为 0.45%,该温度下会发生共析转变: $\beta \rightarrow \alpha + \text{Ti}_3\text{Si}$,共析转变点的固溶度为 0.68%。由于 Si 在 β 相与 α 相中的固溶度存在差异,故 β 相中呈不均匀分布的 Si 在冷却和相转变过程中发生偏析^[13],形成一定量的硅化物;在随后的快速凝固过程中, Si

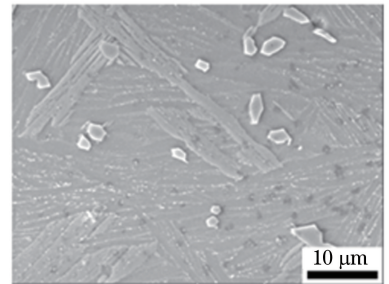


图 10 感应加热辅助激光熔覆沉积 Si 含量为 1.5% 的 TC4 合金 SEM 形貌

Fig. 10 SEM image of TC4 alloy with Si content of 1.5% by induction heating assisted laser cladding deposition

依附于前面的硅化物析出,从而产生了杆状的硅化物。引入感应加热后,熔池存在的时间变长, Si 在 β 相中均匀分布,在缓慢凝固的过程中, α 片层上逐渐析出呈弥散分布的不规则硅化物。

4 结 论

通过激光熔覆沉积不同 Si 含量的 TC4 合金,研究了激光熔覆沉积过程中感应加热对试样成形的影响,得到以下结论。

1) 添加少量的 Si 能够有效细化激光熔覆沉积 TC4 中粗大的柱状晶,但不能促进柱状晶转变为等轴晶。

2) Si 的添加值存在临界点,超过临界点的试样的柱状晶宽度无明显变化。试验中的 Si 含量临界点约为 2%。

3) 在激光熔覆沉积过程中引入感应加热,能够阻碍部分柱状晶的贯穿生长,晶内组织为 α 集束,并在 α 片层上析出了呈弥散分布的不规则硅化物。

参 考 文 献

[1] Boyer P R. An overview on the use of titanium in the aerospace industry [J]. *Materials Science and Engineering A*, 1996, 213(1/2): 103-114.

[2] Wang X, Wang D S, Gao X S, *et al.* Research status and development in laser additive manufacturing of light alloy components[J]. *Applied Laser*, 2016, 36(4): 478-483.
王霄, 王东生, 高雪松, 等. 轻合金构件激光增材制造研究现状及其发展[J]. *应用激光*, 2016, 36(4): 478-483.

[3] Lutjering G, Williams J C. *Titanium* [M]. Berlin: Springer, 2007: 8.

[4] Deng X H, Yang Z J. Current situation and prospect of titanium alloy additive manufacturing technology [J]. *Development and Application of Materials*, 2014, 29(5): 113-120.
邓贤辉, 杨治军. 钛合金增材制造技术研究现状及展望[J]. *材料开发与应用*, 2014, 29(5): 113-120.

[5] Gu D D, Meiners W, Wissenbach K, *et al.* Laser additive manufacturing of metallic components: Materials, processes and mechanisms [J].

International Materials Reviews, 2013, 57(3): 133-164.

[6] Wang H M, Zhang S Q, Wang X M. Progress and challenges of laser direct manufacturing of large titanium structural components (invited paper) [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2009, 36(12): 3204-3209.
王华明, 张述泉, 王向明. 大型钛合金结构件激光直接制造的进展与挑战(邀请论文) [J]. *中国激光*, 2009, 36(12): 3204-3209.

[7] Mereddy S, Bermingham M J, StJohn D H, *et al.* Grain refinement of wire arc additively manufactured titanium by the addition of silicon [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, 695(2): 2097-2103.

[8] Bian H Y, Lei Y, Li Y, *et al.* Effects of induction preheating on microstructure and residual stress of laser deposition repair TA15 titanium alloy [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2016, 45(7): 0705003.
卞宏友, 雷洋, 李英, 等. 感应预热对激光沉积修复 TA15 钛合金显微组织和残余应力的影响 [J]. *红外与激光工程*, 2016, 45(7): 0705003.

[9] Liang S D, Zhang A F, Wang T, *et al.* Elimination of laser direct forming crack on DD4 parts by induction heating [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2017, 44(2): 0202003.
梁少端, 张安峰, 王潭, 等. 感应加热消除激光直接成形 DD4 零件裂纹 [J]. *中国激光*, 2017, 44(2): 0202003.

[10] Tamirisakandala S, Bhat R B, Tiley J S, *et al.* Grain refinement of cast titanium alloys via boron addition [J]. *Scripta Materialia*, 2005, 53(12): 1421-1426.

[11] 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.

[12] Ahmed T, Rack H J. Phase transformations during cooling in $\alpha+\beta$ titanium alloys [J]. *Materials Science and Engineering A*, 1998, 243(1/2): 206-211.

[13] Dong F, He G Q, Zhang G T. Research on development of the effect of Si element on titanium alloy [J]. *Heat Treatment of Metals*, 2007, 32(11): 5-10.
董飞, 何国强, 张贵田. 合金元素 Si 在钛合金中作用的研究进展 [J]. *金属热处理*, 2007, 32(11): 5-10.