

感应加热辅助变质剂硼细化激光熔覆 沉积 TC4 晶粒的研究

梁朝阳¹, 张安峰¹, 李丽君², 王豫跃², 张金智¹, 王宏¹

¹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;

²西安交通大学金属材料强度国家重点实验室, 陕西 西安 710049

摘要 通过在 TC4 粉末中加入变质剂 B, 进行了激光熔覆沉积实验。在沉积过程中引入了感应加热, 研究了不同工艺条件下 TC4 熔覆层显微组织的变化。结果表明, 当变质剂 B 和感应加热同时作用时, TC4 熔覆层的晶粒细小且分布均匀、无明显 β 柱状晶, 微观组织呈典型的网篮组织。当感应加热温度为 900 °C, B 的质量分数分别为 0.1%、0.05% 和 0.025% 时, TC4 熔覆层的组织由大量片状 α 相和少量初生 α 相组成, 晶粒的长度为 11~18 μm , 宽度为 4.40~6.90 μm 。

关键词 激光技术; 激光熔覆沉积; 晶粒大小; 感应加热; 变质剂

中图分类号 TG665; TG146.2+3

文献标识码 A

doi: 10.3788/CJL201845.0702001

Induction Heating Assisted Modifier Boron Refining of TC4 Grains by Laser Cladding Deposition

Liang Zhaoyang¹, Zhang Anfeng¹, Li Lijun², Wang Yuyue², Zhang Jinzhi¹, Wang Hong¹

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

²State Key Laboratory for Mechanical Behavior of Materials, Xi'an Jiaotong University, Xi'an, Shaanxi 710049, China

Abstract The experiment of laser cladding deposition is conducted via the addition of modifier B to TC4 powder. The induction heating is introduced during the deposition process, and the microstructure change of the TC4 cladding layers under different process conditions is investigated. The results show that, when the modifier B and the induction heating both take roles, the obtained grains are fine, the distribution is uniform, there are no obvious β columnar crystals, and the microstructure shows a typical basket-weave one. When the induction heating temperature is 900 °C and the mass fraction of B is 0.1%, 0.05% and 0.025%, respectively, the microstructures are composed of a large amount of lamellar α phases and a small amount of primary α phases, the grain length is 11-18 μm and the width is 4.40-6.90 μm .

Key words laser technique; laser cladding deposition; grain size; induction heating; modifier

OCIS codes 140.3390; 350.3390; 160.3900

1 引言

钛合金具有比强度高、耐腐蚀性好和耐热性高

等特点, 被广泛应用于航空航天领域, 是航空发动机风扇、压气机轮盘、叶片和起落架等重要构件的首选材料之一。然而, 钛合金具有较大的变形抗力, 传统

收稿日期: 2017-10-31; **收到修改稿日期:** 2017-12-20

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: 梁朝阳(1988—), 男, 硕士研究生, 主要从事高性能钛合金激光增材制造技术方面的研究。

E-mail: zhaoyang_mingren@126.com

导师简介: 张安峰(1956—), 男, 教授, 博士生导师, 主要从事激光增材制造技术方面的研究。

E-mail: zhangaf@mail.xjtu.edu.cn(通信联系人)

加工工艺难度大、周期长,材料利用率低^[1-2]。激光熔覆沉积(LCD)技术利用高功率激光熔化同步输送的钛合金粉末,逐点逐层堆积成形零件,克服了钛合金传统加工工艺存在的缺点,被广泛应用于航天航空和国防制造等领域。其中,TC4 钛合金是应用最为广泛的材料之一^[3-6]。

Zhu 等^[7]研究发现,在钛合金熔体中添加质量分数为 0.04%~0.48%(全文同)的 B,可以显著细化 TC4 合金铸锭的晶粒尺寸。少量 B 的加入对不同种类钛合金都有细化作用,当 B 的加入量不超过 0.4%时,随着 B 含量的增大,钛合金的晶粒和初生 α 相尺寸均减小。黄立国等^[8]研究发现,当铸造钛合金中 B 含量为 0.05%时,TC4 构件的各项力学性能均达到最佳效果;当 B 含量大于 0.1%时,TC4 构件的延伸率减小。Birmingham 等^[9]在电弧增材制造 TC4 中,通过加入 B 实现了 TC4 合金的晶粒细化。然而,变质剂 B 在激光熔覆沉积 TC4 (LCD-TC4)方面的应用研究鲜有报道。

LCD-TC4 的宏观组织主要由贯穿多个熔覆层呈外延生长的粗大 β 柱状胞晶组成, β 柱状胞晶的长度为几毫米到几十毫米,宽度为 0.1~0.3 mm,晶内微观组织为马氏体。LCD-TC4 柱状晶的主轴垂直于激光束扫描方向或略向扫描方向倾斜,使得其沿激光成形方向和水平方向的性能差异明显,形成较大的各向异性,严重影响了 LCD-TC4 的工程应

用^[10-12]。因此,研究 LCD-TC4 的晶粒细化以提高其力学性能、减小各向异性,对 LCD-TC4 的发展和應用有重要的意义。细化晶粒的方法一般分为两种,一是根据 LCD-TC4 柱状晶的形成机理,在熔覆过程中通过减小温度梯度和增大凝固速率来产生更多的等轴晶以阻断柱状晶生长;二是通过在成形粉末中加入变质剂以产生异质形核或者成分过冷的现象,从而达到细化晶粒的目的^[13-16]。本文研究了变质剂 B 对 LCD-TC4 显微组织的影响。同时,为了减小熔覆过程中的温度梯度,引入了感应加热技术,研究了感应加热对 LCD-TC4 显微组织的影响。

2 实验装置及方法

2.1 实验装置

感应加热辅助变质剂 B 细化 LCD-TC4 晶粒的工作原理如图 1 所示。其中,IPC 为工业控制计算机,CNC 为计算机数字控制平台。采用自主研发的 LCD-1000A 型激光金属成形系统进行实验,并加入 25 kW 的中频感应加热器,频率为 1~20 kHz,通过调节主控制机的工作电流来改变加热速度和起始保温时间,工作电流的调节范围为 0~1150 A。TC4 钛合金粉末的粒径为 50~150 μm ,B 粉末的粒径为 10~20 μm ,基板为 120 mm \times 60 mm \times 6 mm 的 TC4 板材和直径为 15 mm、长度为 30 mm 的 TC4 棒材,TC4 粉末和基板的化学成分见表 1。

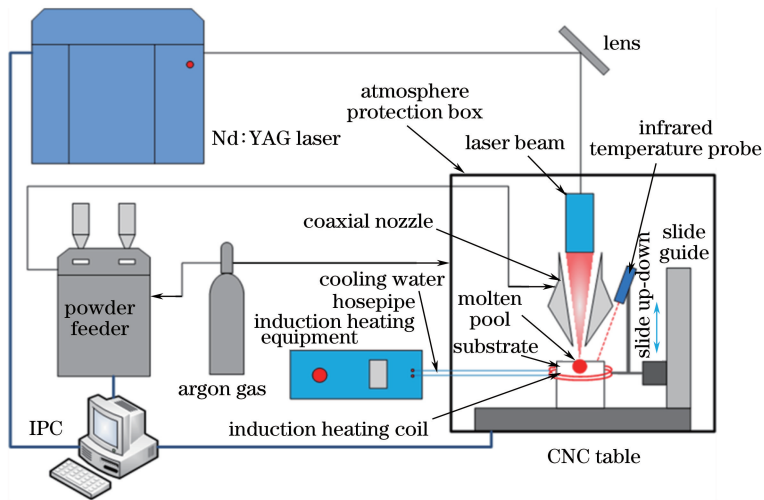


图 1 LCD 技术的工作原理

Fig. 1 Working principle of LCD technology

表 1 TC4 粉末和基板的化学成份(质量分数,%)

Table 1 Chemical compositions of TC4 powder and substrate (mass fraction, %)

Material	Al	V	Fe	C	O	N	H	Ti
TC4 powder	6.1	4.1	0.12	0.01	0.13	<0.01	0.001	Bal.
TC4 substrate	6.2	4.3	0.13	0.02	0.12	0.01	0.002	Bal.

2.2 实验方法

将 TC4 粉末和 B 粉末置于真空干燥箱中,在 120 °C 条件下保温 4 h 以去除粉末中的水分;利用江苏雨晨机械有限公司的 SBH-20 三维混合机,以 40 r·min⁻¹ 的转速将 TC4 粉末和 B 粉末进行 4 h 的转动,使其均匀混合。实验前将混合粉末再次干燥,基板表面经砂轮打磨后用丙酮和乙醇清洗。在氩气的保护气氛下进行激光熔覆成形,并以氩气作为载粉气体。LCD 的工艺参数为:光斑直径 0.5 mm,激光功率 180 W,扫描速度 10 mm·s⁻¹,扫描间距 0.25 mm,单层提升量 0.1 mm,送粉量 2.5 g·min⁻¹。试样尺寸为直径 10 mm、长 10 mm。

在感应加热辅助变质剂 B 的 LCD 实验前,将圆柱基材置于感应线圈中部,在氩气的保护下,将其上表面加热至目标温度后开始熔覆沉积,整个过程中感应线圈随着激光头在空间同步提升,直至实验结束。

实验分为三组:第一组为变质剂 B 细化 LCD-TC4 晶粒实验;第二组为感应加热细化 LCD-TC4 晶粒实验;第三组为感应加热辅助变质剂 B 细化 LCD-TC4 晶粒实验。当 B 的含量大于 0.1% 时,试样的延伸率会减小^[17],因此,在第一组实验中设定 B 的含量分别为 0.1%,0.05%,0.025%。同时,由于 TC4 中 α - β 转变温度为 882 °C,第二组实验中的感应加热温度设定为 500,700,900,1100 °C。三组实验完成后,将试样分别进行线切割、镶嵌、砂纸打磨、抛光、超声波清洗、腐蚀,腐蚀剂采用 Kroll's 溶液,最终制成金相试样。使用日本基恩士公司的 VH-

600 光学显微镜和日本日立公司的 S-3000N 型扫描电子显微镜分析试样的微观组织。

3 实验结果及讨论

3.1 变质剂 B 对 LCD-TC4 晶粒的影响

不同 B 含量下 LCD-TC4 的组织形貌如图 2 所示。从图 2(a) 可以看到,添加 B 之后原本贯穿多个熔覆层的柱状晶消失;由图 2(b) 可知,熔覆层的晶粒由细小的 α 相组成,晶粒的长度小于 100 μm ,宽度为 10~25 μm ,而未处理的 LCD-TC4 晶粒长度为几毫米到几十毫米,宽度为 0.1~0.3 mm。因此,与传统细化工艺相比,B 对 LCD-TC4 的晶粒细化效果达到 10 倍以上,且其金相组织主要由片状 α 相和初生 α 相组成,这使得 LCD-TC4 具有更好的韧性。B 对钛合金晶粒的细化机制如图 3 所示。熔覆层中生成了片状 α 相和初生 α 相,这是因为凝固过程中 B 原子析出并富集在固/液界面处,此处的成分过冷度增大导致钛合金的熔点减小,促进了 TC4 自身的形核并增大了形核率。同时,在最后的凝固阶段,少量 B 与剩余的钛熔体发生共晶反应,在晶界处生成了第二相粒子 TiB,而 TiB 晶须限制了 α 相的生长,截断了高温下 β 晶的长大^[8],当温度减小到相变点以下时, β 相转变为 α 相。其中,TiB 会影响钛合金的韧性,如果局部含量过大,必然会降低 TC4 的韧性^[18-19]。但是,由图 2(b) 可以看出,TiB 在 TC4 形核中发生了局部富集现象,这是因为激光增材制造成形过程中极冷极热导致了 B 在 TC4 液相中流动不充分。

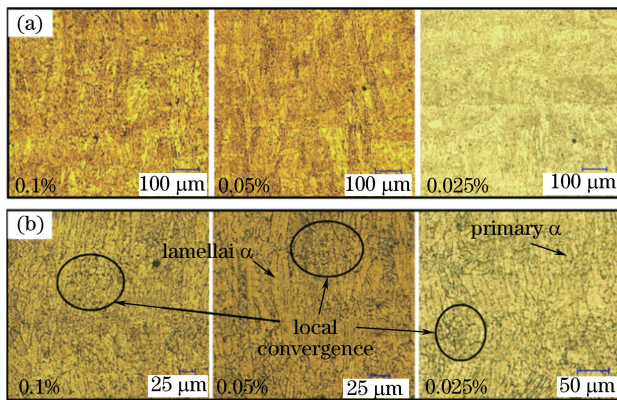


图 2 不同 B 含量下 LCD-TC4 的组织形貌。(a)放大 200 倍;(b)放大 500 倍

Fig. 2 Microstructures of LCD-TC4 under different B mass fractions.

(a) Magnification of 200 times; (b) magnification of 500 times

3.2 感应加热对 LCD-TC4 晶粒的影响

不同感应加热温度下 LCD-TC4 的组织形貌如图 4 所示。由图可知,随着温度的增大,熔覆层中的

柱状晶变得细而短。当感应加热温度为 500 °C 和 700 °C 时,熔覆层的组织呈典型的网篮组织;900 °C 感应加热温度下的熔覆层组织介于网篮组织和魏氏

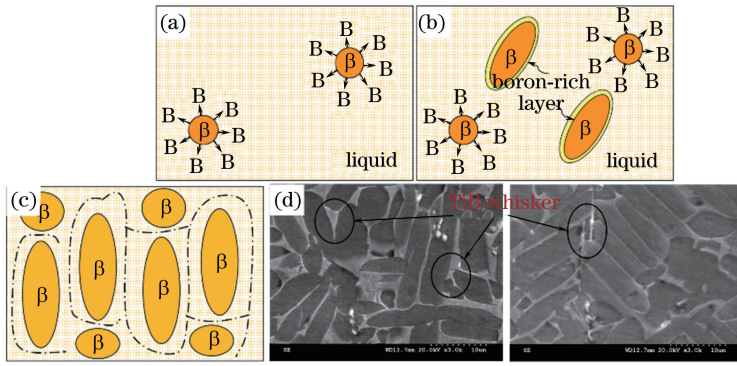


图 3 B 对钛合金晶粒的细化机制。(a) β 相形核;(b) B 富集在固液界面;(c) 共晶反应;(d) 沿晶界析出硼化物
Fig. 3 Mechanism of B refining of titanium alloy grains. (a) β phase nuclei; (b) B accumulated at solid-liquid interface; (c) eutectoid reaction; (d) boron precipitated along grain boundary

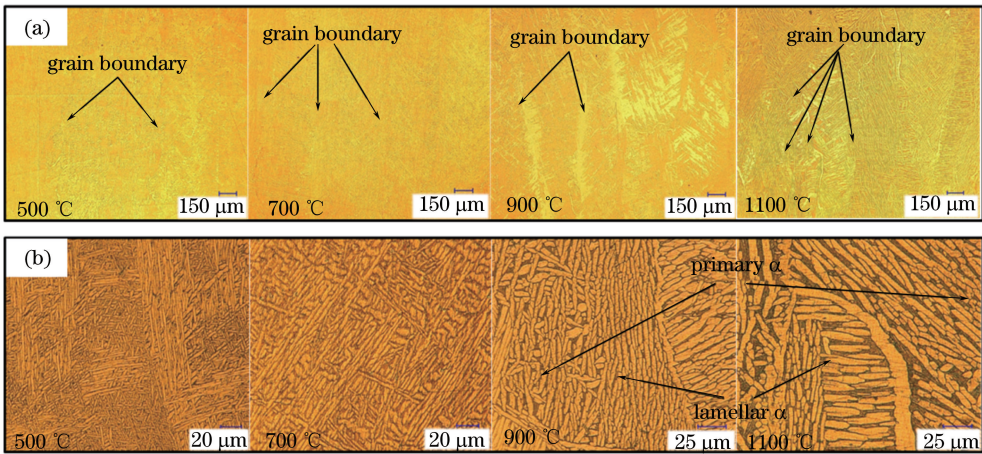


图 4 不同感应加热温度下 LCD-TC4 的组织形貌。(a) 放大 200 倍;(b) 放大 500 倍
Fig. 4 Microstructures of LCD-TC4 under different induction heating temperatures.

(a) Magnification of 200 times; (b) magnification of 500 times

组织之间;1100 °C 感应加热温度下的熔覆层组织为魏氏组织,且片状 α 相和初生 α 相均比 900 °C 感应加热温度下的粗大。片状 α 相尺寸随温度的变化如图 5 所示。可以看到,片状 α 相尺寸随着温度的升高而增大。这是因为随着温度的升高,熔覆过程中熔池的温度梯度减小。TC4 凝固速率和温度梯度的柱状晶/等轴晶转变(CET)曲线^[20]及 LCD-TC4 晶粒形成机理如图 6 所示。由图 6(a)可知,TC4 在一次熔覆过程中产生了少量的等轴晶,在二次熔覆过程中上一层的等轴晶被全部熔化,如此反复便形成了图 6(b)所示的贯穿整个熔覆层的粗大柱状晶。引入感应加热后,熔池的温度梯度减小,图 6 中阴影部分向左移动,必然会伴随着熔池中 等轴晶的增多,因此,在激光重熔过程中等轴晶不会被全部熔化,剩余等轴晶会对柱状晶的长大起到抑制作用,进而粗大柱状晶被截断,达到减小晶粒的效果。同时,感应加热形成的熔覆层中的魏氏组织和网篮组织比马氏

体具有更好的韧性。其中,网篮组织不仅有较好的塑性、韧性和抗疲劳强度,还具有较好的热强性,魏氏组织则对 TC4 的延伸率有一定的负面影响。虽然感应加热细化 LCD-TC4 晶粒的效果不显著,但是优化 TC4 的微观组织有利于修复组织缺陷^[21]。

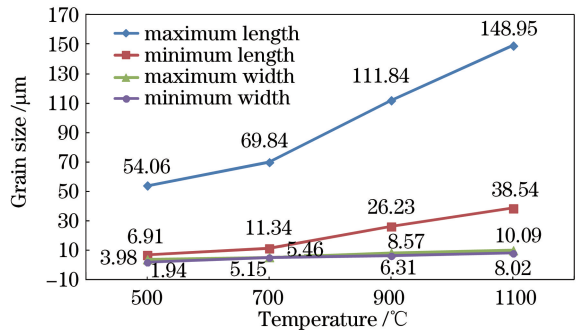


图 5 片状 α 相尺寸随温度的变化

Fig. 5 Lamellar α phase size versus temperature

3.3 感应加热辅助变质剂 B 对 LCD-TC4 晶粒的影响

900 °C 感应加热温度下不同 B 含量的 LCD-

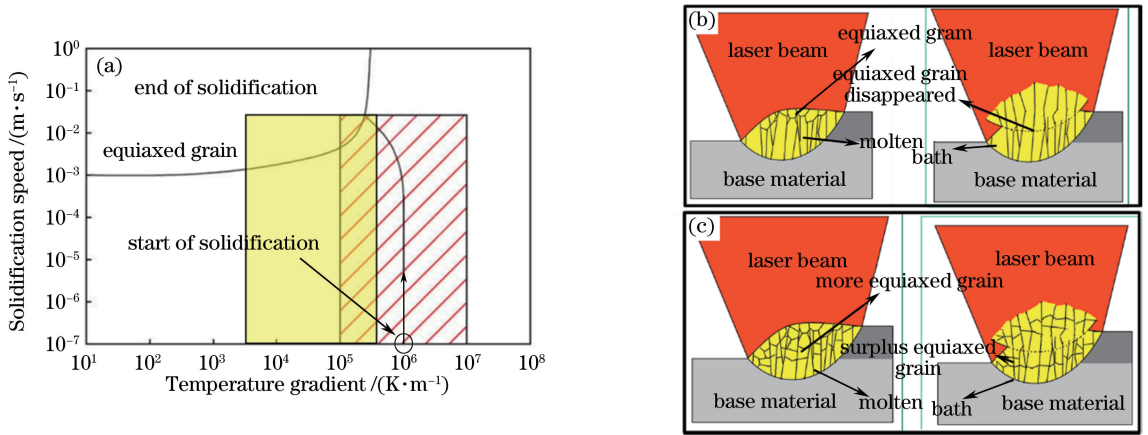


图 6 (a) TC4 的 CET 仿真曲线^[20]; (b) 柱状晶形成过程; (c) 截断柱状晶的过程
 Fig. 6 (a) CET simulation curves of TC4^[20]; (b) formation process of columnar crystals;
 (c) truncation process of columnar crystal

TC4 的金相组织如图 7 所示。由图可知, 当感应加热温度为 $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时, 不同 B 含量的 LCD-TC4 金相组织晶粒的长度为 $11\sim 18\text{ }\mu\text{m}$, 宽度为 $4.40\sim 6.90\text{ }\mu\text{m}$ 。比仅通过变质剂 B 细化的 LCD-TC4 晶粒更加细小, 且分布更加均匀, 整体组织形貌呈典型的网篮组织。这是由于感应加热不仅优化了 TC4 组织, 而且 LCD 过程中的热影响区面积更

大^[15]、热效应时间更长, B 能够充分流动、分布更加均匀, B 在 TC4 中的作用时间也得以延长。同时, 从图 7 圈中部分的原始 β 晶界可知, 这种晶界随着 B 的含量减小, 由短而多转变为长而少, 且主要由片状 α 相排列组成, 这是由于随着富集在固/液界面处 B 含量的减小, 共晶反应的程度减小, 进而 TiB 数量减少。

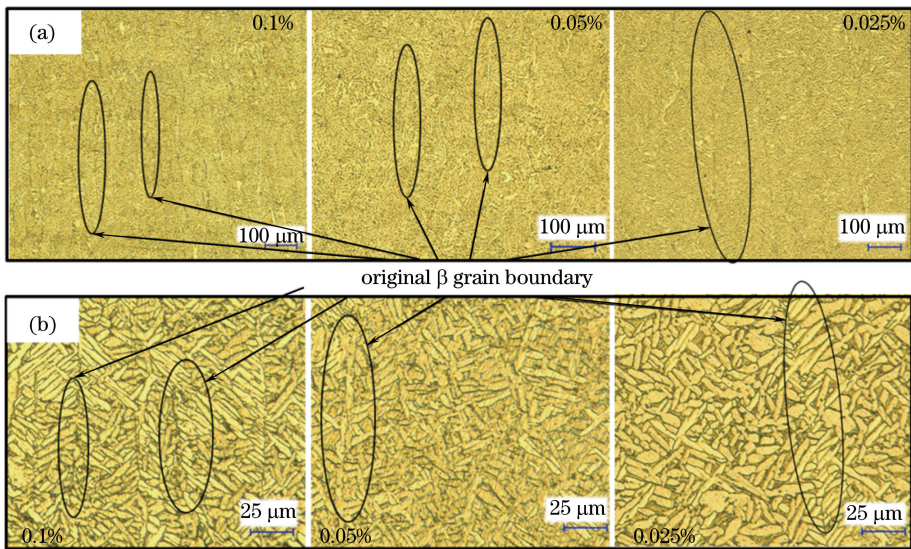


图 7 感应加热辅助 B 对 LCD-TC4 组织形貌的影响。(a) 放大 200 倍; (b) 放大 500 倍
 Fig. 7 Effect of induction heating assisted B on microstructures of LCD-TC4. (a) Magnification of 200 times;
 (b) magnification of 500 times

4 结 论

在 TC4 粉末中加入变质剂 B 进行了 LCD 实验, 研究了不同工艺条件下 TC4 熔覆层显微组织的变化, 得到以下结论。

- 1) 当向 TC4 粉末中加入小于 0.1% 的 B 粉末时, 与传统细化工艺相比, 晶粒的细化效果达到 10 倍以上, 但晶粒分布不均匀, TiB 在 TC4 形核中发生局部富集的现象。
- 2) 感应加热对 TC4 柱状晶的细化作用有限,

但可使其微观组织从马氏体转变为网篮组织,且随着温度的升高进而转变成魏氏组织。

3) 感应加热辅助变质剂 B 细化 LCD-TC4 晶粒的效果显著,TC4 的组织由粗大的柱状晶转变为细小的短棒状晶粒。

参 考 文 献

[1] Bai L, Zhao Z G, Gong H B, *et al.* Development of laser forming technology for titanium alloy aircraft structure [J]. *Aeronautical Manufacturing Technology*, 2013(11): 40-44.
柏林, 赵志国, 龚海波, 等. 航空用钛合金结构件激光成形技术研究进展[J]. *航空制造技术*, 2013(11): 40-44.

[2] Wang H M, Zhang S Q, Tang H B, *et al.* Research progress of laser rapid prototyping technology for large titanium alloy structures[J]. *Aviation Precision Manufacturing Technology*, 2008, 44(6): 28-30.
王华明, 张述泉, 汤海波, 等. 大型钛合金结构激光快速成形技术研究进展[J]. *航空精密制造技术*, 2008, 44(6): 28-30.

[3] Chen J, Yang H O, Yang J, *et al.* Laser rapid prototyping characteristics and fused structure of TC4 titanium alloy [J]. *Rare Metals Letters*, 2004, 23(4): 33-37.
陈静, 杨海鸥, 杨建, 等. TC4 钛合金的激光快速成形特性及熔凝组织[J]. *稀有金属快报*, 2004, 23(4): 33-37.

[4] Yang J, Huang W D, Chen J, *et al.* Mechanical property of Ti alloy TC4 laser rapid forming [J]. *Aeronautical Manufacturing Technology*, 2007(5): 73-76.
杨建, 黄卫东, 陈静, 等. TC4 钛合金激光快速成形力学性能[J]. *航空制造技术*, 2007(5): 73-76.

[5] Zhang F Y, Chen J, Tan H, *et al.* Research on forming mechanism of defects in laser rapid formed titanium alloy [J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2007, 36(2): 211-215.
张凤英, 陈静, 谭华, 等. 钛合金激光快速成形过程中缺陷形成机理研究[J]. *稀有金属材料与工程*, 2007, 36(2): 211-215.

[6] You L. Investigation on preparation of Ti-8LC and Ti-12LC alloys by electro-deoxidation of metal oxides in the molten salt [D]. Shenyang: Northeastern University, 2012.
游磊. 熔盐电解制备 Ti-8LC 和 Ti-12LC 合金的研究[D]. 沈阳: 东北大学, 2012.

[7] Zhu J, Kamiya A, Yamada T, *et al.* Influence of boron addition on microstructure and mechanical properties of dental cast titanium alloys[J]. *Materials*

Science and Engineering A, 2003, 339(1/2): 53-62.

[8] Huang L G, Chen Y Y. Research progress of effects of boron on formability and mechanical properties of titanium alloys [J]. *Materials for Mechanical Engineering*, 2016, 40(6): 8-13.
黄立国, 陈玉勇. 硼对钛合金成形能力和力学性能影响的研究进展[J]. *机械工程材料*, 2016, 40(6): 8-13.

[9] Bermingham M J, Kent D, Zhan H, *et al.* Controlling the microstructure and properties of wire arc additive manufactured Ti-6Al-4V with trace boron additions[J]. *Acta Materialia*, 2015, 91: 289-303.

[10] 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.

[11] Kobryn P A, Semiatin S L. The laser additive manufacture of Ti-6Al-4V [J]. *JOM*, 2001, 53(9): 40-42.

[12] 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(s1): 106-111.

[13] Li D, Zhao Y Q. The development of grain refinement for titanium alloy [J]. *Materials Review*, 2005, 19: 421-422.
李东, 赵永庆. 钛合金晶粒细化研制进展[J]. *材料导报*, 2005, 19: 421-422.

[14] Qian Y H, Tan H, Li J, *et al.* Microstructure characterization of laser solid forming Ti-6Al-4V alloy by high power [J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2014, 43(9): 2162-2166.
钱远宏, 谭华, 李静, 等. 高功率激光立体成形 Ti-6Al-4V 合金组织研究[J]. *稀有金属材料与工程*, 2014, 43(9): 2162-2166.

[15] Shi B F, Zhang A F, Qi B L, *et al.* Influence of heat accumulation on microstructure and property of Ti-6Al-4V in laser direct forming [J]. *Laser Technology*, 2016, 40(1): 29-32.
师傅飞, 张安峰, 齐宝路, 等. 热积累对激光直接成形 Ti-6Al-4V 组织和性能的影响[J]. *激光技术*, 2016, 40(1): 29-32.

[16] Wang M, Guo H Z. Study on superplasticity and fine-grained of TC4 alloy [J]. *Journal of Plasticity Engineering*, 2008, 15(4): 155-158.
王敏, 郭鸿镇. TC4 钛合金晶粒细化及超塑性研究[J]. *塑性工程学报*, 2008, 15(4): 155-158.

[17] Luo H, Chen Z Q. Progress in boron-modified titanium alloys [J]. *Development and Application of*

- Materials, 2010, 25(4): 77-81.
罗皓, 陈志强. 硼改性钛合金研究进展[J]. 材料开发与应用, 2010, 25(4): 77-81.
- [18] Genç A, Banerjee R, Hill D, *et al.* Structure of TiB precipitates in laser deposited *in situ*, Ti-6Al-4V-TiB composites [J]. Materials Letters, 2006, 60(7): 859-863.
- [19] Wang F, Mei J, Wu X H. Direct laser fabrication of Ti6Al4V/TiB [J]. Journal of Materials Processing Technology, 2008, 195(1/2/3): 321-326.
- [20] 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.
- [21] 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, 王谭, 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.