

激光熔化沉积 TC11 钛合金双重退火后的组织和力学性能研究

郝云波*, 赵凯, 黄叶玲, 齐超琪, 杜洋

上海航天设备制造总厂有限公司, 上海 200245

摘要 TC11 钛合金具有轻质、高强等优点,有取代高强度钢作为航天主承力构件实现轻量化应用的巨大潜力。采用激光熔化沉积技术制备 TC11 钛合金,对沉积态 TC11 钛合金进行双重退火热处理,研究了退火温度对 TC11 钛合金组织和力学性能的影响。结果表明:TC11 钛合金组织沿沉积方向呈柱状晶、等轴晶交替生长的现象,沉积态组织主要包括由沿着晶界集束生长的针状 α 相组成的魏氏组织以及由晶内 $\alpha+\beta$ 相组成的网篮组织;经双重退火后,晶内 α 相粗化、长径比减小,连续晶界 α 相出现断续、球化、消失现象;当退火温度为 1025 $^{\circ}\text{C}$ 时,晶内组织突变为细网篮组织,晶界重新形成连续 α 相;经双重退火处理后,TC11 钛合金的强度和塑性均显著提升,达到锻件标准;随着退火温度升高,TC11 钛合金的强度表现为先降低后升高的趋势,塑性表现为先升高后降低的趋势;随着退火温度升高,TC11 钛合金的屈服比先增大后降低,并在退火温度为 1010 $^{\circ}\text{C}$ 时达到最大;随着退火温度升高,两相区强度的各向异性小于 3%,具有趋近各向同性的特性,塑性的各向异性先升高后降低,并在退火温度为 995 $^{\circ}\text{C}$ 时达到最低。

关键词 激光技术;激光熔化沉积;双重退火;组织;力学性能;TC11 钛合金;各向异性

中图分类号 TG665

文献标志码 A

doi: 10.3788/CJL202148.2202001

1 引言

钛合金具有密度小、强度高以及耐腐蚀和弱磁等特点,已被广泛应用于航空、航天、化工、海洋工程等现代工业及国防重大装备中的大型整体关键承力构件上,其用量的多少已成为衡量航空航天等装备技术是否先进的重要标志之一^[1]。TC11 (Ti-6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.25Si) 钛合金是我国开发的可在 500 $^{\circ}\text{C}$ 以下长期服役的 $\alpha+\beta$ 型高温钛合金,其室温强度高,热强性好,是制造航空发动机、高压压气机盘及叶片的主要材料^[2]以及航天器主承力构件的潜在材料,与 IMI685 合金的性能相当。但钛合金的加工性能差,传统的加工工艺难以满足高性能、大尺寸钛合金结构件的加工需求。大型钛合金结构件的传统制造一般需要大型锻压设备及大型模具,制造难度大,材料利用率低,制造周期长,设备成本

和生产成本高,因此,大型关键钛合金构件的制造技术被公认为是航空、航天等高端重大装备的核心关键制造技术之一^[3]。激光熔化沉积(LMD)也被称为激光近净成形(LENS),属于激光增材制造技术的一种^[4]。该技术以金属粉末或丝材为原料,通过激光快速熔凝逐层堆积,可直接通过 CAD 模型实现复杂金属零件的近净成形,因不涉及热机械加工以及较少的去除量,可避免对模具和大型锻压设备的依赖,从而可以显著降低航空、航天领域大型金属构件的制造成本和周期^[5-6]。

组织和力学性能是激光熔化沉积钛合金研究的热点。在激光熔化沉积过程中,钛合金粉末流在激光束作用下形成熔池,随着熔池移动形成熔覆层。移动的熔池对已沉积层的重熔和反复的热作用决定了成形件的组织和力学性能。双相钛合金成形件的微观组织通常表现为外延生长的粗大 β 柱状晶和晶

收稿日期: 2021-04-09; 修回日期: 2021-05-06; 录用日期: 2021-05-20

基金项目: 国家自然科学基金面上基金(52075341)、上海市青年科技启明星计划(20QB1402800)

通信作者: *m18221247257@163.com

内呈薄片层状的 $\alpha+\beta$ 网篮组织或马氏体组织,力学性能通常表现出高强低塑且各向异性的特点^[7-10]。后续热处理工艺可以优化和改善钛合金成形件的组织 and 力学性能。激光熔化沉积由于与锻件的传统加工工艺、热历程存在差异,其成形钛合金的微观组织与传统锻件组织差异较大,传统锻件的热处理工艺并不适用,因此需要建立针对激光熔化沉积钛合金的热处理工艺。激光熔化沉积 TC4 钛合金经固溶时效热处理后,初生 α 相的长径比减小,组织中的短棒状 α 相增多,形成网篮组织^[11];随着固溶温度升高, α 相粗化现象明显。Zhang 等^[12]对 TC4 钛合金成形件进行双重退火处理后发现,随着退火温度升高,初生 α 相的长径比和体积分数减小,导致退火件的强度降低、塑性升高。关于激光熔化沉积 TC11 钛合金的热处理工艺研究较少。黄瑜等^[13]对激光立体成形 TC11 钛合金进行热处理后发现:在 950~970 °C 进行热处理后,组织是以等轴 α 相、条状 α 相和 β 转变组织为主的近三态组织,晶界 α 相逐渐破碎、球化和消失;当退火温度超过再结晶温度后,组织是由粗大 α 板条组成的魏氏组织及细小的 β 相,晶界 α 相基本没有破碎。Huang 等^[14]采用两种热处理制度对

沉积态 TC11 钛合金进行了热处理,结果表明:经热等静压(HIP)+固溶时效热处理之后,TC11 钛合金内部缺陷减少,组织得以优化,其组织和力学性能与近无缺陷的 TC11 钛合金达到同一水平。

综上,激光熔化沉积钛合金的组织比较复杂,力学性能存在各向异性现象。为满足航天主承力构件的应用需求,需要对激光熔化沉积 TC11 钛合金构件的热处理工艺进行研究,以消除组织的各向异性,提升激光熔化沉积成形构件的综合性能。本研究团队采用激光熔化沉积技术制备 TC11 钛合金块体,然后对其进行双重退火热处理,以提升 TC11 钛合金的综合力学性能。通过分析不同退火温度下 TC11 钛合金的组织 and 性能演变规律,获得了优化的热处理工艺,为激光熔化沉积 TC11 钛合金取代高强钢作为航天主承力构件,实现轻量化应用提供工艺指导。

2 试验材料与方法

本研究采用的设备是自主研发的多轴联动同轴送粉激光熔化沉积增材制造系统(LMD system),如图 1(a)所示。该系统的行程为 1.1 m×1.3 m×1.0 m,配有惰性气氛保护舱,可以实现水、氧含量

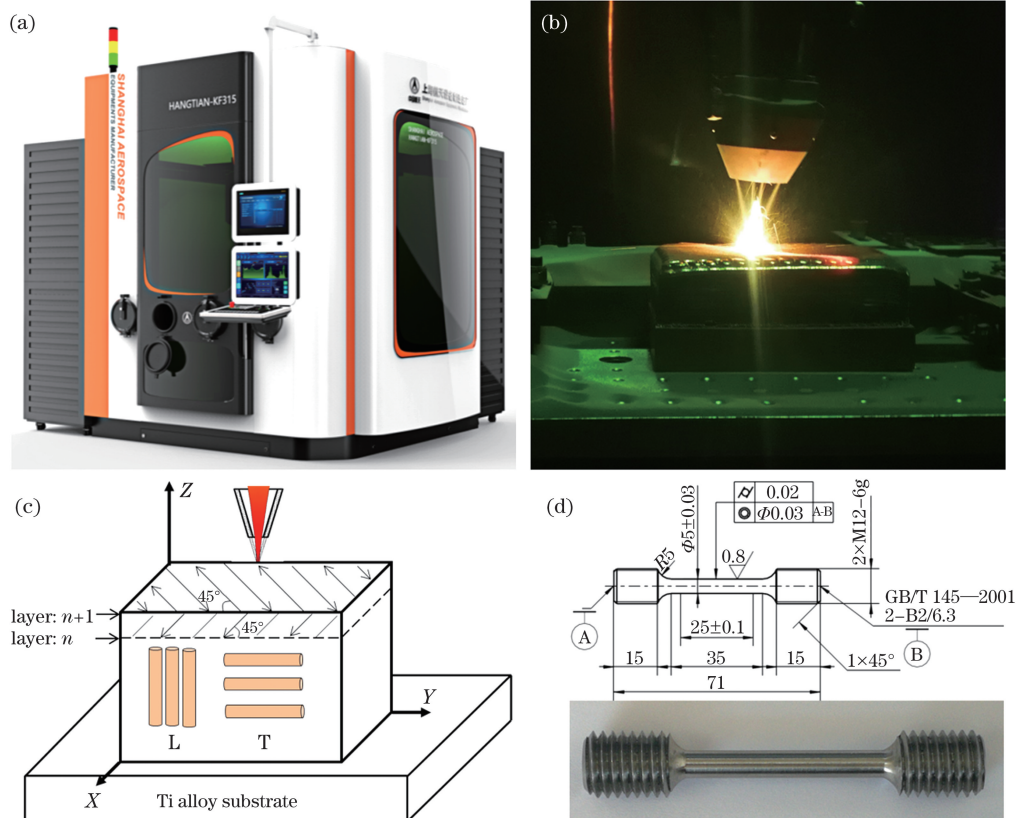


图 1 激光熔化沉积系统。(a)系统实物图;(b)成形过程;(c)成形轨迹;(d)拉伸试样

Fig. 1 Laser melting deposition system. (a) Photo of the system; (b) forming process; (c) forming path; (d) tensile sample

低于 5×10^{-5} (体积分数), 可以满足钛合金、高温合金等易氧化金属的成形。该系统配备有 TruDisk 6002 碟片式激光器(激光器的最大输出功率为 6000 W)、YC52 光学头及四束流同轴送粉喷嘴。成形过程如图 1(b)所示。试验中使用的 TC11 钛合金粉末是采用旋转电极雾化法生产的球形粉, 粉末粒径范围为 $45 \sim 150 \mu\text{m}$, 粉末具有较低的卫星粉率和空心粉率。TC11 钛合金粉末的化学成分如表 1 所示。粉末在使用前需在真空烘干箱内烘干 $4 \sim 6 \text{ h}$, 以降低粉末中的水汽含量, 并增加粉末的流动性。采用 Z 字形扫描策略进行 TC11 钛合金块体的激光熔化沉积成形, 如图 1(c)所示, 层间扫描轨迹偏转 90° , 成形过程中持续通入氩气, 使手套箱内的水、氧含量低于 5×10^{-5} (体积分数)。将成形得到的 TC11 钛合金块体沿沉积方向(L)和垂直于沉积方向(T)进行线切割, 切取 $\Phi 15 \text{ mm}$ 的圆柱试棒和

$25 \text{ mm} \times 15 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$ 的微观组织观测试块, 并采用双重退火热处理制度对其进行热处理。为探索不同高温退火温度对成形件组织和力学性能的影响规律, 设置了如表 2 所示的不同高温退火温度下的热处理制度, 其中冷却方式为空冷(AC)。将沉积态和热处理态试棒加工成标准拉伸试样, 如图 1(d)所示, 在万能拉伸试验机上测试其室温拉伸性能。

采用 Kroll's 试剂(HF 、 HNO_3 、 H_2O 的体积比为 $1:2:7$)对 TC11 钛合金试样经打磨、抛光后的表面进行腐蚀, 然后采用光学显微镜(OM)、扫描电镜(SEM)、X 射线能谱仪(EDS)等对沉积态和热处理态钛合金的组织、元素分布、相组成、断口形貌等进行检测和分析, 摸索热处理、组织、性能之间的对应关系, 为提升激光熔化沉积 TC11 钛合金构件的综合性能提供指导。

表 1 TC11 钛合金粉末的化学成分

Table 1 Chemical composition of TC11 titanium alloy powder

Element	Ti	Al	Mo	Si	Zr	Fe	C	N	H	O
Mass fraction /%	Bal.	6.7	3.5	0.21	1.1	0.03	0.01	0.005	0.0008	0.097

表 2 双重退火热处理工艺

Table 2 Double annealing heat treatment

No.	The first annealing treatment			The second annealing treatment		
	Annealing temperature / $^\circ\text{C}$	Annealing time /h	Cooling method	Annealing temperature / $^\circ\text{C}$	Annealing time /h	Cooling method
1	1025	1.5	AC	550	6	AC
2	1010	1.5	AC	550	6	AC
3	995	1.5	AC	550	6	AC
4	980	1.5	AC	550	6	AC
5	965	1.5	AC	550	6	AC
6	950	1.5	AC	550	6	AC

3 结果与分析

3.1 微观组织

图 2(a)所示为 TC11 钛合金单层单道沉积层的横截面形貌, 可知沉积层横截面上存在明暗现象。对沉积层顶部 A 区和底部 B 区分别进行局部放大, 放大形貌如图 2(b)、(c)所示, 可以看出, 单层单道底部组织主要为沿垂直于熔合线方向外延生长的粗大柱状晶, 中上部主要以等轴晶粒为主。对 TC11 钛合金沉积试样进行微观组织观察, 结果如图 2(d)所示。由图 2(d)可知, 沉积态组织由 β 柱状晶及等轴晶组成, 沿沉积方向的组织呈柱状晶区(CGZ)和

等轴晶区(EGZ)交替生长的现象。分析认为, 在激光熔化沉积钛合金过程中, 熔池的凝固形核机制主要由以未熔金属粉末为核心异质形核的等轴晶以及沿熔池底部外延生长的柱状晶组成, 两种凝固形核机制相互竞争, 决定着最终成形件的组织形态。当采用高激光功率、低送粉速率时, 进入熔池的金属粉末全部熔化, 且熔池具有较大的熔深, 受较高的温度梯度的影响, 熔池主要以外延生长的柱状晶为主; 当采用低激光功率、高送粉速率时, 进入熔池的粉末未完全熔化, 未熔粉末充当异质质点形核生长成等轴晶^[15]。本研究中选用的工艺参数使单层单道沉积层中同时存在柱状晶和等轴晶。在多层多道块体成

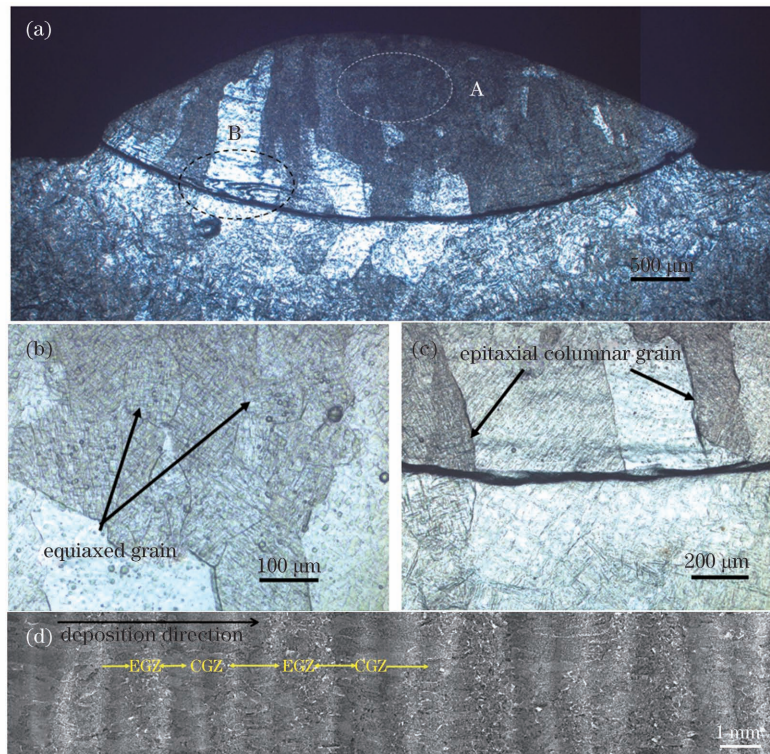


图 2 沉积态 TC11 钛合金的组织。(a) 单道组织；(b) A 区组织；(c) B 区组织；(d) 成形件的组织。

Fig. 2 Microstructures of as-deposited TC11 titanium alloy. (a) Single cladding microstructure; (b) microstructure of A zone; (c) microstructure of B zone; (d) microstructure of formed parts

形过程中,激光束对已沉积层 TC11 钛合金进行重熔,晶粒外延生长形成柱状晶,由于重熔层厚度低于等轴晶区厚度,因此沉积态组织呈现出柱状晶和等轴晶交替生长的现象。

分别对成形件等轴晶区和柱状晶区的微观组织

进行局部放大,放大形貌如图 3(a)~(c) 所示。沉积态 TC11 钛合金的微观组织主要包括由沿着晶界集束排列的细针状 α 相组成的魏氏组织以及由晶内杂乱生长的细针状 α 相与 β 基体相组成的网篮组织,部分等轴晶区的集束 α 相贯穿整个晶粒生长。

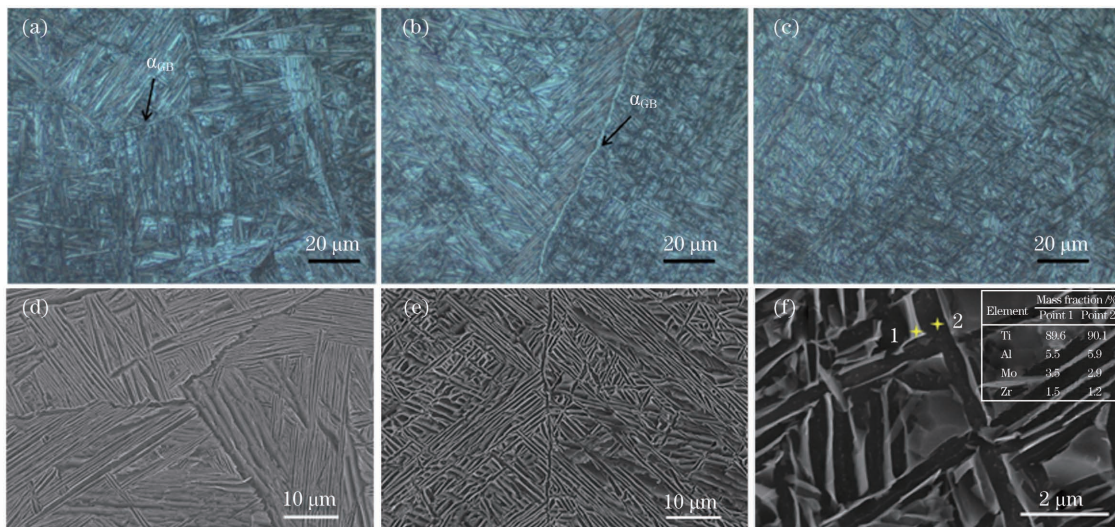


图 3 沉积态 TC11 钛合金的显微组织。(a) 等轴晶区的 OM 形貌；(b) 柱状晶区的 OM 形貌；(c) 晶内组织的 OM 形貌；(d) 等轴晶区的 SEM 形貌；(e) 柱状晶区的 SEM 形貌；(f) 晶内组织的 SEM 形貌及 EDS 点分析

Fig. 3 Microstructures of as-deposited TC11 titanium alloy. (a) OM morphology of equiaxed zone; (b) OM morphology of columnar zone; (c) intragranular OM morphology; (d) SEM morphology of equiaxed zone; (e) SEM morphology of columnar zone; (f) intragranular SEM morphology and EDS point analysis

等轴晶区存在较多的连续晶界 α 相 (α_{GB})。分析认为,等轴晶区的冷却速率慢,过冷度小,相邻等轴晶粒的取向差较大,晶界能高,因此 α 相优先在晶界形核,晶内 α 相在晶界 α 相上形核,最终形成晶界集束 α 相组织及晶内网篮组织。图 3(d)~(f) 为扫描电镜下观察到的沉积态微观组织,可见,TC11 钛合金组织是沿晶界 α 相生长的集束 α 相以及由晶内 $\alpha + \beta$ 相组成的网篮组织。对晶内组织进行局部放大,结果如图 3(f) 所示,分别对晶内和晶界进行 EDS 点分析。分析结果表明,点 2 位置上的 Ti、Al 含量略高于点 1 位置,但 Mo 元素含量显著低于点 1 位置。分析认为,Al 元素为 α 相稳定元素,Mo 元素为 β 相稳定元素,在熔池快速凝固过程中,Al 元素从 β 相中快速析出形成 α 相。Zr 元素为中性元素,主要对 α 相起固溶强化作用。晶内组织的组成及晶界 α 相的形态决定着激光熔化沉积 TC11 钛合金的综合力学性能。

对沉积态 TC11 钛合金进行双重退火,退火温度对 TC11 钛合金晶内微观组织的影响如图 4(a1)~(f1) 所示。可以看出:沉积态 TC11 钛合金经双重退火热处理后,组织明显粗化;随着退火温度升高,晶内网篮组织 α 相逐渐粗化,长径比逐渐减小,当退火温度为 1010 $^{\circ}\text{C}$ 时, α 相的粗化最显著;当退火温度升高至 1025 $^{\circ}\text{C}$ 时,晶内组织突变为细针状网篮组织,长径比增大;当退火温度为 950~965 $^{\circ}\text{C}$ 时,晶内存在一定数量的初生 α 相 (α_p)。初生 α 相是沉积态钛合金经两相区加热后残留的 α 相。随着热处理温度升高,晶内 α 片层宽度增大,尺寸明显大于初生 α 相,表现为晶内初生 α 相含量降低。

随着退火温度升高,晶界 α 相的变化情况如图 4(a2)~(f2) 所示。可以看出,晶界 α 相的宽度大于晶内 α 片层的宽度。当退火温度为 950 $^{\circ}\text{C}$ 时,连续晶界开始出现局部断续,但仍大范围连续;随着温度升高至 965~995 $^{\circ}\text{C}$,晶界 α 相逐渐出现断续、球化现象;当退火温度升至 1010 $^{\circ}\text{C}$ 时,晶界 α 相出现晶界消失的现象,如图 4(b2)~(e2) 所示;当退火温度升至 1025 $^{\circ}\text{C}$ 时,等轴晶区的晶界 α 相重新连续化,如图 4(f2) 所示。除此之外,随着退火温度升高,晶界 α 相的宽度逐渐变大,但当退火温度超过相变点温度后,晶界厚度显著减小。分析认为,沉积态钛合金在两相区保温时,晶界 α 相将通过元素扩散发生等轴化、球化,以降低单位体积晶界的界面能,随着两相区温度升高,元素扩散加快,晶界相等轴化越发明。当保温温度高于 β 相转变温度时,组织发生再结晶,形成魏氏组织。

图 4(a3)~(f3) 为不同退火温度下集束 α 相的扫描电镜图片。可以看出,随着退火温度升高,集束 α 相的间距无显著变化。双重退火后, β 相发生分解 ($\beta \rightarrow \alpha_S + \beta_R$),生成次生 α 相 (α_S) 及残余 β 相 (β_R),这两相共同构成 β 转变组织 (β_T)。退火温度越高,元素扩散得越容易, β 转变基体中次生 α 相的析出比例越高。次生 α 相多以层片状集束方式析出,当退火温度为 1010 $^{\circ}\text{C}$ 时, β 转变基体析出的次生 α 相的尺寸最大。

3.2 力学性能

采用万能拉伸试验机对沉积态和热处理态钛合金拉伸试样进行测试,试验结果表明,激光熔化沉积态和双重退火态 TC11 钛合金的强度和塑性均满足 GJB 2744A 锻件标准。沉积态和热处理态 TC11 钛合金的横向和纵向室温拉伸力学性能数据如图 5(a)、(b) 所示,可以看出,沉积态 TC11 钛合金经双重退火热处理后,横向和纵向的强度、塑性均有明显提升。在 950~1010 $^{\circ}\text{C}$ 温度区间,随着退火温度升高,抗拉强度 (R_m) 总体呈略降低的趋势;当退火温度为 1025 $^{\circ}\text{C}$ 时,抗拉强度有所增大,但抗拉强度的变化幅度 $\leq 3.76\%$ 。随着高温退火温度升高,屈服强度 ($R_{p0.2}$) 的变化不大,屈服强度的变化幅度 $\leq 1.16\%$ 。随着高温退火温度升高,断后伸长率 (A) 表现为横向试样变化较小而纵向试样先增大后减小,断面收缩率 (Z) 则总体表现为先升高后降低的趋势。分析认为,在两相区内,随着退火温度升高,晶内 α 相粗化越发明,这会导致强度降低,晶界 α 相逐渐出现断续、球化和消失现象,有助于塑性的提高。当退火温度高于 β 相变点温度后,晶内组织突变为细针状网篮组织,晶界重新形成连续的晶界 α 相,表现为强度升高而塑性降低的趋势。

屈服强度常作为零件失效的计算强度,因此提升材料的屈强比 ($R_{p0.2}/R_m$) 能够提升材料的强度储备和服役性能。图 5(c) 所示为沉积态和热处理态横向和纵向试样的屈强比变化情况。由图可知:横向和纵向试样的屈强比较为接近,沉积态和热处理态 TC11 钛合金的屈强比均高于钛合金锻件标准中的屈强比 (0.859);沉积态 TC11 钛合金经双重退火后,屈强比有所下降,退火态 TC11 钛合金的屈强比随着高温退火温度的升高而增大,并在退火温度为 1010 $^{\circ}\text{C}$ 时达到最大 (0.906~0.918);当高温退火温度为 1025 $^{\circ}\text{C}$ 时,屈强比有所降低。

为表征成形材料横、纵方向的各向异性,本文用强度和塑性在横、纵方向上的性能偏差 E 表示成形

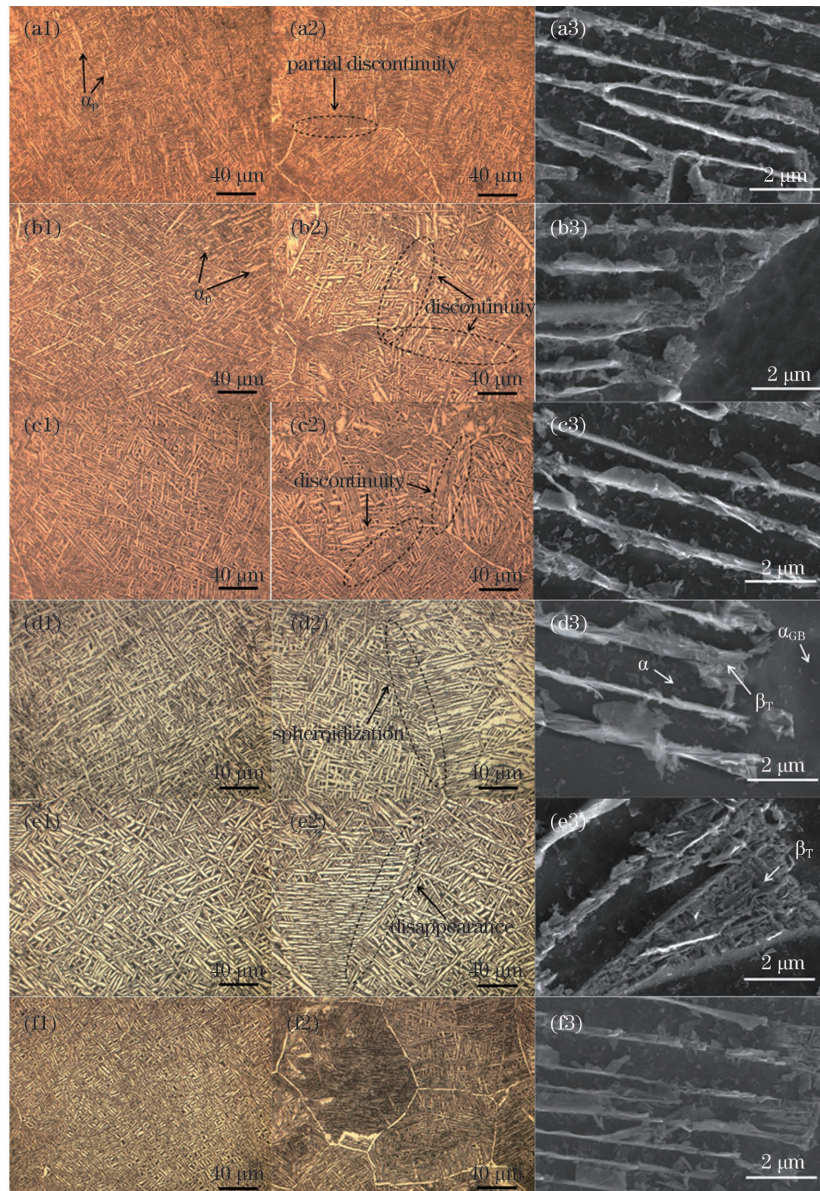


图 4 不同退火温度下 TC11 钛合金的微观组织。(a1) 950 °C, 晶内组织;(a2) 950 °C, 晶界;(a3) 950 °C, α 相的 SEM 形貌;(b1) 965 °C, 晶内组织;(b2) 965 °C, 晶界;(b3) 965 °C, α 相的 SEM 形貌;(c1) 980 °C, 晶内组织;(c2) 980 °C, 晶界;(c3) 980 °C, α 相的 SEM 形貌;(d1) 995 °C, 晶内组织;(d2) 995 °C, 晶界;(d3) 995 °C, α 相的 SEM 形貌;(e1) 1010 °C, 晶内组织;(e2) 1010 °C, 晶界;(e3) 1010 °C, α 相的 SEM 形貌;(f1) 1025 °C, 晶内组织;(f2) 1025 °C, 晶界;(f3) 1025 °C, α 相的 SEM 形貌

Fig. 4 Microstructures of TC11 titanium alloy at different annealing temperatures. (a1) Intragranular microstructure at annealing temperature of 950 °C ; (a2) grain boundary at annealing temperature of 950 °C ; (a3) SEM morphology of α phase at annealing temperature of 950 °C ; (b1) intragranular microstructure at annealing temperature of 965 °C ; (b2) grain boundary at annealing temperature of 965 °C ; (b3) SEM morphology of α phase at annealing temperature of 965 °C ; (c1) intragranular microstructure at annealing temperature of 980 °C ; (c2) grain boundary at annealing temperature of 980 °C ; (c3) SEM morphology of α phase at annealing temperature of 980 °C ; (d1) intragranular microstructure at annealing temperature of 995 °C ; (d2) grain boundary at annealing temperature of 995 °C ; (d3) SEM morphology of α phase at annealing temperature of 995 °C ; (e1) intragranular microstructure at annealing temperature of 1010 °C ; (e2) grain boundary at annealing temperature of 1010 °C ; (e3) SEM morphology of α phase at annealing temperature of 1010 °C ; (f1) intragranular microstructure of α phase at annealing temperature of 1025 °C ; (f2) grain boundary at annealing temperature of 1025 °C ; (f3) SEM morphology of α phase at annealing temperature of 1025 °C

件的各向异性。各向异性的计算公式为

$$E = \frac{|L - T|}{T} \times 100\%, \quad (1)$$

式中： L 表示纵向性能； T 表示横向性能。

图 5(d) 所示为沉积态和热处理态 TC11 钛合金的强度和塑性在横、纵方向上的性能偏差。可以看出，沉积态 TC11 钛合金抗拉强度的各向异性 (E_{R_m}) 为 0.65%，屈服强度的各向异性 ($E_{R_{p0.2}}$) 为 1.52%，说明激光熔化沉积 TC11 钛合金具有趋近

于各向同性的强度。热处理对抗拉强度和屈服强度各向异性的影响不大，随着退火温度在 950~1100 °C 范围内升高，强度的各向异性 < 3%，但当退火温度升高至 1025 °C 时，屈服强度的各向异性 ($E_{R_{p0.2}}$) 急剧增大为 7.97%。断面收缩率各向异性 (E_Z) 和断后延伸率的各向异性 (E_A) 均随退火温度升高而呈现先增大后减小的趋势，当退火温度为 995 °C 时，TC11 钛合金塑性的各向异性最小。

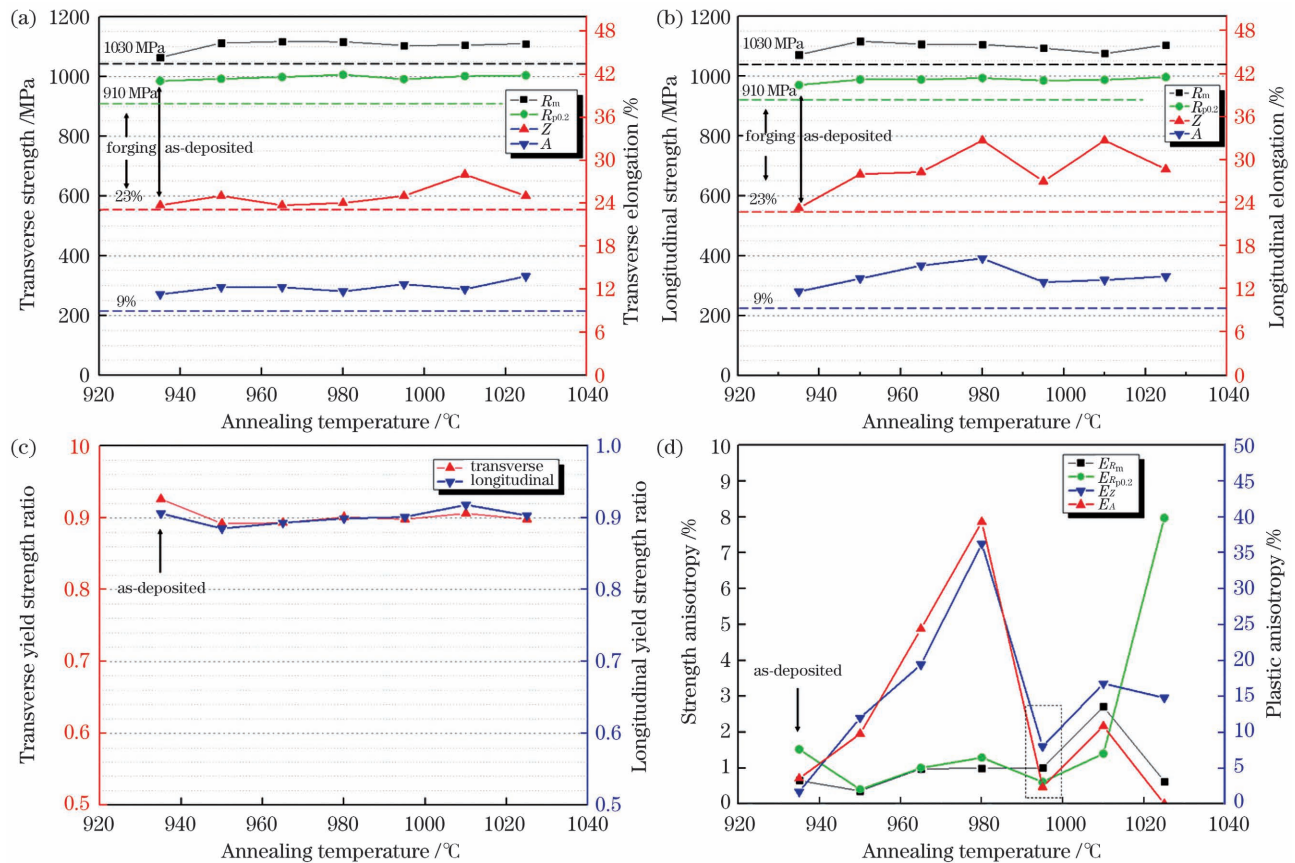


图 5 拉伸性能。(a) 横向拉伸性能；(b) 纵向拉伸性能；(c) 屈服比；(d) 各向异性

Fig. 5 Tensile properties. (a) Transverse tensile properties; (b) longitudinal tensile properties; (c) yield strength ratio;

(d) anisotropy

图 6(a)~(f) 所示为沉积态 TC11 钛合金纵向 (L) 和横向 (T) 拉伸断口的宏观和微观扫描电镜形貌。由图 6(a)、(d) 可知，纵向和横向试样的拉伸断口均为典型的杯锥状断口，断口外围存在明显的剪切唇和瞬断区，断口中心位置为纤维区^[16]。对断口中部进行放大观察，结果如图 6(b)、(e) 所示，断口表面存在较多柱状晶/等轴晶晶粒，晶粒间存在二次裂纹，具备沿晶断裂特征。对拉伸断口进行局部放大，如图 6(c)、(f) 所示，横向断口表面存在较多细小的韧窝及撕裂棱，纵向断口表面存在少量尺寸稍大且较浅的韧窝，此外还存在晶界 α 相。分析认为，连

续晶界 α 相的整体尺寸较大，其与晶内组织塑性变形的协调性差，位错会在连续晶界 α 相界面处塞积形成应力集中区，因此在拉伸应力作用下微裂纹会在连续晶界 α 相处形成并沿晶界扩展，最终形成沿晶断裂。

如图 7 所示，经双重退火热处理后的拉伸试样断口上无明显的晶界 α 相存在，具有相对沉积态更加明显的韧窝，表现出典型的塑性断裂特征。随着退火温度升高，韧窝逐渐趋向细小均匀，995 °C 退火后的拉伸断口上的韧窝最均匀。分析认为，经双重退火处理后，连续晶界 α 相出现断续、球化和部分消

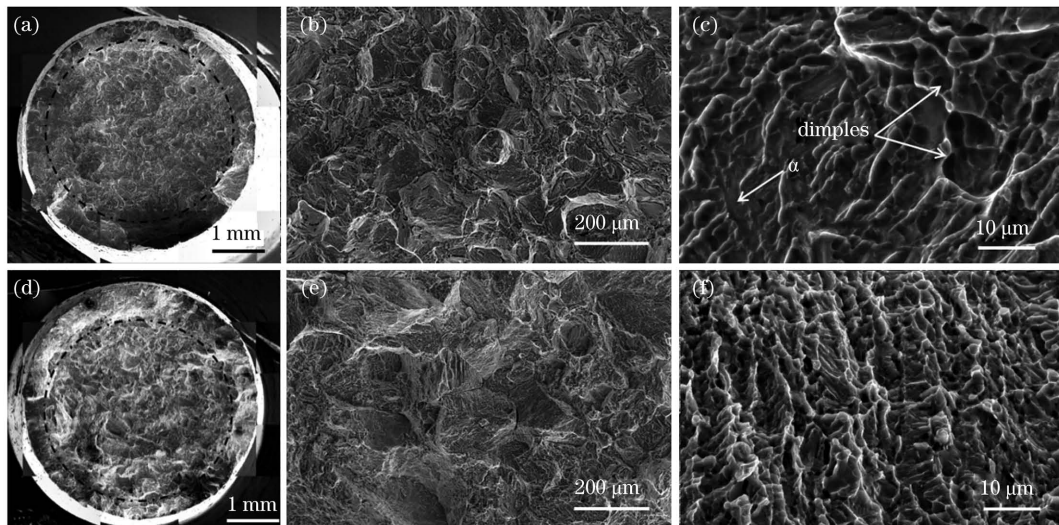


图 6 沉积态 TC11 钛合金的拉伸断口形貌。(a)纵向断口的宏观形貌;(b)纵向断口的低倍形貌;(c)纵向断口的微观形貌;(d)横向断口的宏观形貌;(e)横向断口的低倍形貌;(f)横向断口的显微形貌

Fig. 6 Tensile fractures of as-deposited TC11 titanium alloy. (a) Macroscopic morphology of longitudinal fracture; (b) longitudinal fracture at low magnification; (c) longitudinal fracture at high magnification; (d) macroscopic morphology of transverse fracture; (e) transverse fracture at low magnification; (f) transverse fracture at high magnification

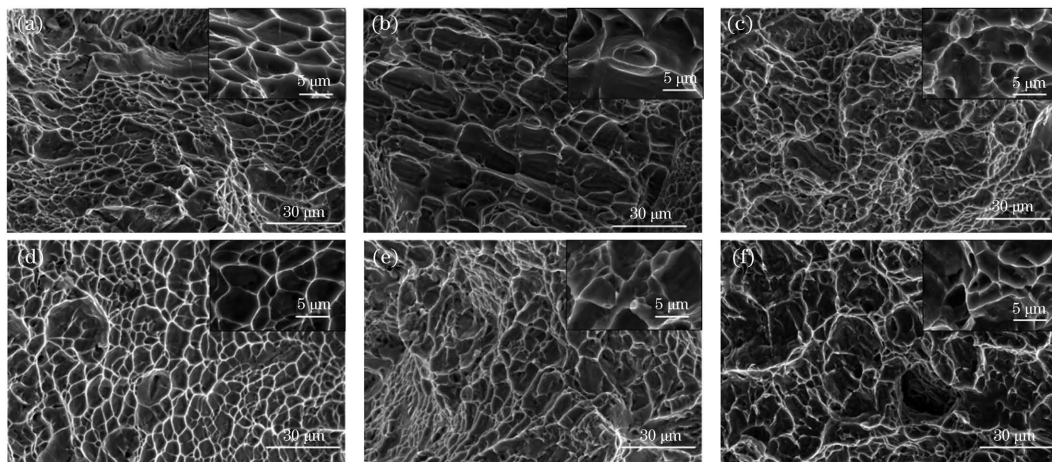


图 7 不同温度下热处理后 TC11 钛合金的拉伸断口形貌。(a) 950 °C;(b) 965 °C;(c) 980 °C;(d) 995 °C;(e) 1010 °C;(f) 1025 °C

Fig. 7 Tensile fractures of TC11 titanium alloy heat-treated at different temperatures. (a) 950 °C; (b) 965 °C; (c) 980 °C; (d) 995 °C; (e) 1010 °C; (f) 1025 °C

消失,晶界不连续,裂纹不再在晶界处形核扩展,而是以微孔聚集机制不断长大,因此断口表面表现为细密的韧窝状特征。

4 结 论

采用激光熔化沉积技术制备了 TC11 钛合金,并对沉积态 TC11 钛合金进行双重退火热处理,研究了沉积态和双重退火态 TC11 钛合金的组织 and 力学性能,为 TC11 钛合金航天主承力构件的轻量化应用提供经验。得到的具体结论如下:

1) 在异质形核和外延生长形核两种机制的竞

争下,TC11 钛合金的沉积态组织沿沉积方向呈柱状晶和等轴晶交替生长的现象。沉积态微观组织主要由晶界集束 α 相组成的魏氏组织及晶内细针状网篮组织构成。沉积态 TC11 钛合金经双重退火后组织明显粗化,且随着退火温度升高,晶内 α 相的长径比减小,晶界 α 相出现断续、球化和消失现象;当退火温度为 1025 °C 时,晶界重新形成连续晶界 α 相,晶内组织突变为细化的网篮组织。

2) TC11 钛合金沉积态和热处理态的力学性能均满足锻件标准要求,双重退火可显著提升沉积态的力学性能。受晶内和晶界组织的影响,随着退火

温度升高, TC11 钛合金的强度总体先降低后升高, 塑性整体上呈先增后降的趋势。随着退火温度升高, 屈服比先升高后降低, 并于 1010 °C 时达到最大。沉积态和双相区内退火 TC11 钛合金强度的各向异性 < 3%, 表现为趋近各向同性的特征, 塑性各向异性呈先增后减的趋势, 在 995 °C 退火后塑性的各向异性最小。

3) 受晶内组织及连续晶界的影响, 沉积态 TC11 横、纵向拉伸断口均表现为沿晶断裂特征; 双重退火后, 晶界出现断续、球化和消失现象, 裂纹以微孔聚集机制不断长大, 断口表现为韧性断裂特征, 在 995 °C 退火后, 断口上的韧窝最均匀。

参 考 文 献

- [1] Wang H M, Zhang S Q, Wang T, et al. Progress on solidification grain morphology and microstructure control of laser additively manufactured large titanium components[J]. Journal of Xihua University (Natural Science Edition), 2018, 37(4): 9-14.
王华明, 张述泉, 王韬, 等. 激光增材制造高性能大型钛合金构件凝固晶粒形态及显微组织控制研究进展[J]. 西华大学学报(自然科学版), 2018, 37(4): 9-14.
- [2] Yao M, Liu Y, Zhu J C. Process design on double heat treatment of TC11 titanium alloy [J]. Heat Treatment Technology and Equipment, 2016, 37(5): 65-70.
姚梦, 刘勇, 朱景川. TC11 钛合金双重热处理工艺设计[J]. 热处理技术与装备, 2016, 37(5): 65-70.
- [3] Zhao Y Q, Ge P. Current situation and development of new titanium alloys invented in China[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2014, 34(4): 51-61.
赵永庆, 葛鹏. 我国自主研发钛合金现状与进展[J]. 航空材料学报, 2014, 34(4): 51-61.
- [4] Saboori A, Gallo D, Biamino S, et al. An overview of additive manufacturing of titanium components by directed energy deposition: microstructure and mechanical properties[J]. Applied Sciences, 2017, 7(9): 883.
- [5] Qiu C L, Ravi G A, Dance C, et al. Fabrication of large Ti-6Al-4V structures by direct laser deposition [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2015, 629: 351-361.
- [6] Wang H M. Materials' fundamental issues of laser additive manufacturing for high-performance large metallic components [J]. Acta Aeronautica et Astronautica Sinica, 2014, 35(10): 2690-2698.
王华明. 高性能大型金属构件激光增材制造: 若干材料基础问题[J]. 航空学报, 2014, 35(10): 2690-2698.
- [7] Kobryn P A, Semiatin S L. The laser additive manufacture of Ti-6Al-4V [J]. Journal of Metals, 2001, 53(9): 40-42.
- [8] Sun K, Xiang W L, Shu X Z. Effects of different orientations on mechanical proprieties of laser rapid forming Ti-6Al-4V alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2020, 30(3): 566-570.
孙坤, 向文丽, 舒鑫柱. 不同取向对激光快速成形 Ti-6Al-4V 合金力学性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2020, 30(3): 566-570.
- [9] Han Y F, Lu W J, Jarvis T, et al. Investigation on the microstructure of direct laser additive manufactured Ti6Al4V alloy[J]. Materials Research, 2015, 18(s1): 24-28.
- [10] Wu X H, Liang J, Mei J F, et al. Microstructures of laser-deposited Ti-6Al-4V [J]. Materials & Design, 2004, 25(2): 137-144.
- [11] Wang W B, Ma R X, Jing Z C, et al. Effect of solution-aging treatment on microstructure and properties of TC4 fabricated by laser three-dimensional printing[J]. Chinese Journal of Lasers, 2019, 46(10): 1002003.
王文博, 马瑞鑫, 井志成, 等. 固溶时效处理对激光 3D 打印 TC4 合金组织与性能的影响[J]. 中国激光, 2019, 46(10): 1002003.
- [12] Zhang S Y, Lin X, Chen J, et al. Heat-treated microstructure and mechanical properties of laser solid forming Ti-6Al-4V alloy [J]. Rare Metals, 2009, 28(6): 537-544.
- [13] Huang Y, Chen J, Zhang F Y, et al. Influence of heat treatment on microstructure of laser solid forming Ti-6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.25Si alloys [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2009, 38(12): 2146-2150.
黄瑜, 陈静, 张凤英, 等. 热处理对激光立体成形 TC11 钛合金组织的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2009, 38(12): 2146-2150.
- [14] Huang B Y, Li H X, Zhang Y B, et al. Formability of TC11 titanium alloy fabricated by direct laser deposition [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2013, 42(S2): 178-182.
- [15] Wang T, Zhu Y Y, Zhang S Q, et al. Grain morphology evolution behavior of titanium alloy components during laser melting deposition additive manufacturing [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2015, 632: 505-513.
- [16] Huang B Y. The microstructure and properties of TC11 titanium alloy by directed laser deposition[D]. Jinan: Shandong Jianzhu University, 2013.
黄柏颖. 激光直接沉积 TC11 钛合金组织及性能研究[D]. 济南: 山东建筑大学, 2013.

Microstructures and Mechanical Properties of Doubled Annealed Laser Melting Deposited TC11 Titanium Alloy

Hao Yunbo*, Zhao Kai, Huang Yeling, Qi Chaoqi, Du Yang
Shanghai Aerospace Equipment Manufacturer, Shanghai 200245, China

Abstract

Objective TC11 titanium alloy is lightweight and has high strength, and it has a great potential to replace high-strength steel as the main bearing components of aerospace, allowing for lightweight application. Traditional manufacturing of large titanium alloy structural parts generally requires large forging equipment and moulds, resulting in considerable manufacturing challenges, such as low material utilisation, long manufacturing cycles and high equipment and production costs. Laser melting deposition uses metal powder or wire as raw materials to form layer by layer via laser rapid melting, and it can directly realize the near-net shape of complex metal parts from the CAD model. Because this technology does not involve thermal-mechanical processing, the amount of removal is small, and it can avoid the dependence on moulds and large forging equipment, it can significantly reduce the manufacturing cost and cycle of large metal components in the aerospace field. The microstructure of titanium alloy deposited using laser melting is complex and the mechanical properties are anisotropic. To meet the application requirements of aerospace main load-bearing components, the heat treatment of TC11 titanium alloy components formed using laser melting deposition must be studied to homogenise the structure and anisotropy and improve the overall performance of laser melting deposited parts.

Methods The as-deposited TC11 titanium alloy was subjected to double annealing heat treatment in this study to investigate the effects of different annealing temperatures on the microstructure and mechanical properties of the TC11 titanium alloy. In this study, a Z-shaped scanning strategy was used to perform laser melting deposition of TC11 titanium alloy bulk. The scanning trajectory between the layers was deflected by 90° , and argon gas was introduced during the forming process to reduce the amount of water and oxygen volume fraction in the glove box less than 5×10^{-5} . The deposited sample and the heat-treated test bar were processed into standard tensile samples, and their tensile properties at room temperature were tested on a universal tensile testing machine. Kroll's reagent was used to corrode a TC11 titanium alloy sample (the volume ratio of HF, HNO₃, and H₂O is 1:2:7). The structure, element distribution, phase composition, and fracture morphology of the deposited and heat-treated titanium alloy were detected and analysed using an optical microscope (OM), scanning electron microscope (SEM), and energy dispersive X-ray spectrometer (EDS), and the relationship between heat treatment-structure-performance was established, providing guidance for improving the comprehensive properties of TC11 titanium alloy components deposited by laser melting.

Results and Discussions Along the deposition direction, the structure of TC11 titanium alloy exhibited alternate growth of columnar grain zone and equiaxed grain zone (Fig. 2). The deposited state's micro-structure was composed of the Widmanstatten and mesh basket structures, and a portion of the clustered phase in the equiaxed zone grew through the entire grain. The phase of the intragranular basket structure gradually coarsened as the annealing temperature increased and the aspect ratio gradually decreased. When the annealing temperature rose to 1025°C , the intragranular structure abruptly changed into a fine needle-like basket structure and the aspect ratio increased. With the increase of the temperature, the grain boundary α phase gradually appeared discontinuous, spheroidised and disappeared. When the annealing temperature was 1025°C , the continuous grain boundary α phase was reformed in the equiaxed grain boundary (Fig. 4). With the increase of annealing temperature, the overall tensile strength (R_m) showed a slight decrease; when the annealing temperature was 1025°C , R_m increased, and the range of variation in tensile strength was $\leq 3.76\%$. With the increase of the high-temperature annealing temperature, the yield strength ($R_{p0.2}$) did not change much, and the range of variation in yield strength was $\leq 1.16\%$. The percentages of elongation after fracture (A) of transverse sample showed a slight change as the high-temperature annealing temperature increased, and the longitudinal sample increased first and then decreased. In general, the reduction of area (Z) showed an overall trend that increased first and then decreased. The yield ratio increased as the high-temperature annealing temperature increased, reaching its maximum at 1010°C . The laser melting deposition of

TC11 titanium alloy had a strength that was nearly isotropic, and heat treatment had little effect on the anisotropy of tensile and yield strength.

Conclusions The deposited structure of TC11 titanium alloy exhibits columnar/equiaxial alternate growth along the deposition direction owing to competition between heterogeneous nucleation and epitaxial growth nucleation. The deposited microstructure is mainly composed of the Widmanstatten structure composed of grain boundary cluster α phase and the intracrystalline fine needle-like basket structure. As the annealing temperature increases, the aspect ratio of the intragranular α phase decreases, and the grain boundary α phase appears discontinuous, spheroidised, and partial disappeared. When the annealing temperature is 1025 °C, the grain boundary reforms a continuous grain boundary α phase, and the intragranular structure abruptly changes to a refined mesh basket structure. Both the mechanical properties of deposited and heat-treated TC11 titanium alloy can meet forging standards, and double annealing can significantly improve the deposited mechanical properties. Owing to the intragranular and grain boundary structure, as the annealing temperature rises, the strength of the TC11 titanium alloy first decreases and then increases, whereas the plasticity increases first and then decreases. With the increase of annealing temperature, the yield ratio first increases and then decreases, reaching the maximum at 1010 °C. The strength anisotropy of TC11 titanium alloy in the as-deposited and dual-phase zones is less than 3%, which is close to isotropy; the plasticity anisotropy first increases, then decreases, and is smallest at 995 °C. The transverse and longitudinal tensile fractures of the deposited state exhibit intergranular fracture characteristics as a result of the intragranular structure and continuous grain boundaries; after double annealing, the grain boundaries appear discontinuous, spheroidised, and disappeared, and the cracks continue to grow by the mechanism of micropore aggregation, and the fracture surface shows the characteristics of ductile fracture, and the dimple fractures are the most uniform at 995 °C.

Key words laser technique; laser melting deposition; double annealing treatment; microstructure; mechanical properties; TC11 titanium alloy; anisotropy

OCIS codes 140.3390; 220.4610; 350.3390; 160.3900