

激光熔覆热循环对 TC4 组织与力学性能的影响研究

白文倩, 陈静青*

西南交通大学材料科学与工程学院, 四川 成都 610031

摘要 TC4 双相钛合金在相变温度附近易发生 β 相变及有序化转变, 在激光熔覆过程中多次热循环作用会导致组织发生复杂转变。针对 TC4 钛合金激光熔覆组织力学性能不均匀问题, 采用热模拟试验机, 对 TC4 钛合金进行了热循环测试, 探究了热循环的峰值温度、冷却速率对其组织转变及力学性能的影响。结果表明: 在快速升温的热循环条件下, 当峰值温度低于 960 °C 时, 材料内部发生组织粗化, 随着温度的升高, 一次相长宽比增大; 当峰值温度达到 1100 °C 时, 晶界处亚稳 β 相发生同素异构转变和有序化相变, 生成 Ti_3Al 有序相, 一次相长宽比减小, 组织细化, 硬度和裂纹敏感性显著增加; 当冷却速率增加时, 相变类型由亚稳 β 相的同素异构转变为马氏体型, 一次相形貌由层片状转为针状, 材料硬度逐步趋于稳定, 但当冷却速率大于 12 °C/s 时, 由于 Ti_3Al 的生成, 材料硬度略微升高, 剪切试验测得材料脆性增加。

关键词 激光技术; 钛合金; 激光熔覆; 热循环; 显微组织

中图分类号 TG113

文献标志码 A

DOI: 10.3788/CJL202249.2202017

1 引言

TC4(Ti6Al4V) 钛合金是一种中等强度的 $\alpha + \beta$ 双相钛合金^[1], 具有密度低、比强度高、高温性能好等优点, 可通过淬火、时效等热处理来调控其组织和性能^[2], 被广泛应用于航空航天、军用机舰等领域^[3]。航空航天钛合金结构件对精密度、安全性要求高, 因此 TC4 关键结构件的制备技术至关重要。

激光熔覆具有能量密度高、加热速度快、热影响区窄、稀释率低等优点, 融合了激光、焊接、冶金等多种技术^[4], 可实现高性能、复杂结构、紧凑型金属零件的增材成形^[5], 尤其适合成形复杂的航空航天配件^[6]。目前, 激光熔覆技术需要解决的主要问题是变形开裂预防以及部件冶金缺陷调控、力学性能控制^[7]。激光熔覆过程中较高的温度梯度和快速凝固引起的热应力积累, 都会导致成形件内部萌生裂纹。此外, 在高温条件下 TC4 钛合金组织(网篮组织、魏氏组织、双相组织、等轴组织)变化不稳定。Ahmed 等^[8-9]研究发现: 当加热温度高于 β 相变温度时, 在加热过程中, TC4 中的 V 元素扩散导致 α 溶解于 β ; 快冷速率(> 410 K/s)时形成六方马氏体(α'), 中等冷却速率(20~410 K/s)时形成魏氏体相(α_m), 慢冷却速率(< 20 K/s)时形成初生相(α_p)和残余 β 相共存态。当加热温度低于 β 相变温度时, 加热过程中 α 相溶解生成初生相 α_p , 冷却时由 β 相生成二次相(α_s), 形成 α_s 、 α_p 、 β 共存的状态。

Chesnutt 等^[10-11]在文献[8]的基础上研究发现, 在 TC4 的慢冷过程中, 由 β 相变而来的 α 相更倾向于丛域式生长, 且在低冷却速率范围内增加冷却速率会使 α 晶粒更细更长。Guo 等^[12-13]的研究结果表明, 激光熔覆过程中急冷快热会使熔池底部母材晶粒外延生长, 导致 TC4 中的原始 β 柱状晶粒沿沉积方向排列, 形成典型的凝固组织, 生成的柱状晶结构和非平衡相会使材料综合性能(显微组织和机械强度)下降。王佳纬^[14]在文献[9]的基础上, 进一步研究了激光熔覆中多次热循环对 TC4 相变的影响, 结果表明: 首道熔覆层在激光直接作用下发生基体 α 溶解和 β 的马氏体相变。在多道熔覆条件下, 当离当前焊道近的熔覆层的再热温度高于 β 相变温度时, 原始热积累使其冷却速率减慢, 因此发生 α' 相分解和扩散型相变, 生成初生相 α_p ; 随着与当前焊道距离的增加, 当熔覆层经历的再热温度低于 β 相变温度时, 初生 α 相无法完全溶解并向 β 扩散, 形成初生相 α_p 、次生 α_s 和 β 共存的组织, 直到再热温度低于 α 相的溶解温度时, 熔覆层不再发生相转变。基于以上研究, 在激光熔覆制备 TC4 钛合金多层多道试样时, 再热过程中层间温度变化引起的温度和冷却速率改变对 TC4 相变有较大影响。因此本文借助热模拟机, 研究了激光熔覆热循环特征对 TC4 钛合金组织及性能的影响。

本文采用同轴送粉激光增材制造技术(LAM), 在钛合金基板表面上制备了 TC4 钛合金熔覆材料, 采用

热模拟机进行了不同峰值温度和冷却速率下的热循环模拟试验,通过对试样进行金相组织分析、扫描电镜 (SEM) 观察、X 射线衍射 (XRD) 成分分析及显微硬度和微剪切测试,分析了热循环作用对成形件显微组织形貌和性能的影响,建立了不同峰值温度和冷却速率与材料微观组织和力学性能的对对应关系。

2 试验材料及方法

2.1 LAM 试验材料的制备

本次试验所用的 TC4 粉末粒径范围为 40 ~

表 1 TC4 粉末的化学成分

Table 1 Chemical compositions of TC4 powder

Element	Ti	Al	V	Fe	C	N	H	O
Mass fraction / %	Bal.	5.9000	4.3300	0.0360	<0.0100	0.0063	0.0026	0.0840

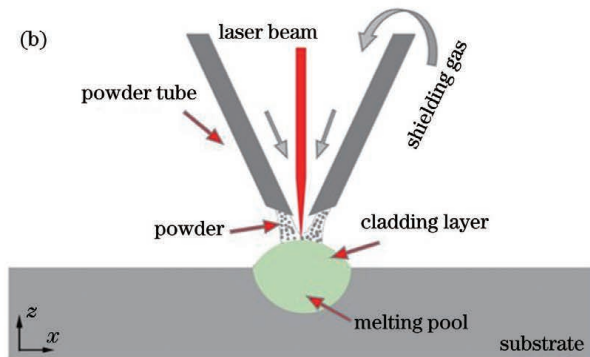
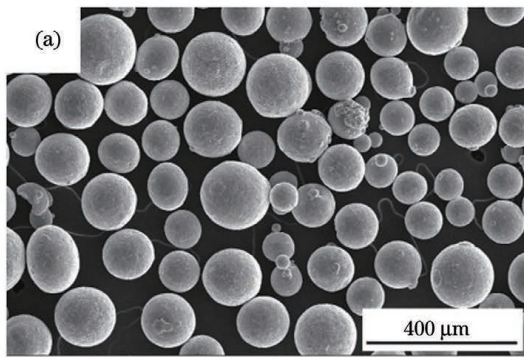


图 1 粉末粒径与 LAM 原理示意图。(a)粉末粒径;(b) LAM 原理示意图

Fig. 1 Particle size of powder and schematic of LAM. (a) Particle size of powder; (b) schematic of LAM

表 2 熔覆成形的工艺参数

Table 2 Process parameters of cladding forming

Parameter	Laser power /W	Scanning speed / (mm · min ⁻¹)	Powder feeding rate / (g · min ⁻¹)	Overlap rate / %
Value	1700	200	3.231	45

2.2 激光热循环模拟试验

在激光熔覆层制备过程中,系统会经历多道次热循环,这导致 TC4 熔覆层材料的组织和力学性能分布不均。为了研究多道次熔覆过程中热循环参数对 TC4 熔覆层微观组织和性能的影响,本文采用热-力耦合试验机对制备的熔覆层材料进行热循环物理过程模拟。测试条件如表 3 所示,其中峰值温度为 860 ~ 1100 °C,该温度区间覆盖了 TC4 在激光熔覆快速升温过程中的固态相变温度,当温度高于 960 °C 时发生基体 α 相的转变,当温度达到 1100 °C 时,基体 α 相完全转变为 β 单相组织^[15]。冷却速率以单道次熔覆再热过程中的实际冷却速率为参照,热循环实验中的冷却速率仅用来控制从峰值温度到低于峰值温度 300 °C 的范围。控制基板预热温度为 240 °C,测得图 2 所示的多层熔覆再热过程中的热循环曲线,依据斜率测得其冷却速率为 29 °C/s。在制备立体成形件时,多层多道熔覆造成的热积累使再热过程中的冷却速率有进一

110 μm,平均粒径为 70 μm,其化学成分如表 1 所示,熔覆设备为 4000 W 的高速激光熔覆系统,粉末粒径与激光熔覆过程如图 1 所示。保护气是体积分数为 99.999% 高纯氩,扫描方式采用单向直线扫描,试验采用的激光熔覆成形工艺参数如表 2 所示。试验前将粉末置于 80 °C 真空干燥箱中烘干 2 h,基板表面用砂纸打磨平整后用乙醇溶液清洗,试验前预热至 240 °C。从熔覆层中部取样后进行金相样品的制备,采用体积比为 3 : 5 : 12 的 HF、HNO₃、H₂O 混合腐蚀液浸泡 5 s 后进行显微组织观察。

步降低的趋势,故测试时冷却速率选择实际冷却速率的下区间,即 3 ~ 30 °C/s。

表 3 热循环试验参数

Table 3 Thermal cycle test parameters

Peak temperature / °C	Cooling rate / (°C · s ⁻¹)
860	3, 12, 21, 30
910	3, 12, 21, 30
960	3, 12, 21, 30
1100	3, 12, 21, 30

在真空和氩气保护氛围下进行测试,测试试样尺寸如图 3 所示,K 型热电偶被点焊在试样中心位置,用于热循环曲线的温度采集和控制(焊点位置如图 3 中的 a、b 所示)。为了避免 TC4 高温时热电偶脱落,测试前在焊点处包裹高温水泥并在真空中 120 °C 下烘干 0.5 h,用于保护加固焊点并减少氧化。测试结束后,从试样中心的均温区取样并进行组织观察和力学性能测试。

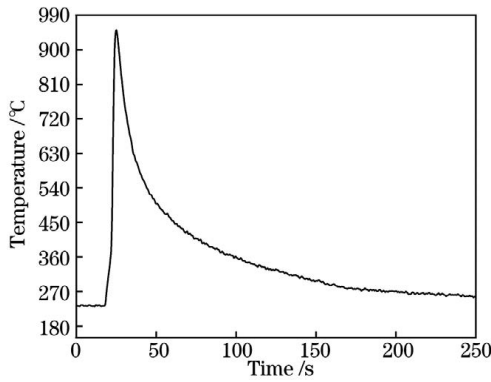


图 2 单道次熔覆再热过程中的热循环曲线
Fig. 2 Thermal cycle curve of single-pass cladding reheating process

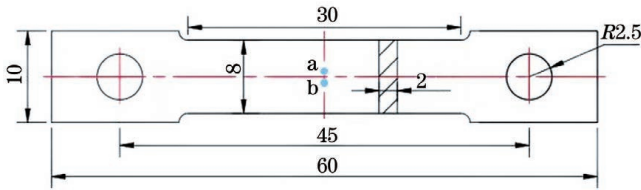


图 3 热循环模拟试验的试样尺寸示意图
Fig. 3 Schematic of sample size for thermal cycle simulation test

3 分析与讨论

3.1 TC4 激光熔覆微观组织分析

单道熔覆层金相组织如图 4 所示。如图 4(a) 所示,熔覆层成形良好,无气孔、裂纹、夹杂等缺陷。根据晶粒形貌,大致将熔覆层划分为热影响区(HAZ)、熔

合区(FZ)和凝固区(SZ)三部分^[16]。整个熔覆层主要包含亮白色部分的基体 α 相和沿 α 晶界分布的深色 β 相。如图 4(a)所示,热影响区在温度达到 β 相变点以上时,基体 α 发生转变,在靠近熔合区部分,形成了尺寸较小的等轴状 β 晶,在远离熔合区部分, α 只发生形貌变化,变为板条状和层片状。由于熔覆过程中温度梯度的影响,生成的部分 β 晶粒会进一步分解。熔合区在较大过冷度下形成的高形核率和温度梯度促使晶粒尺寸进一步生长,并在过热作用下,在沿沉积方向远离基体的位置,等轴 β 晶界逐渐模糊。图 4(b)所示为凝固区组织,由于激光沉积过程中较高的温度梯度和移动热源固有的强外延生长特性,这部分晶粒形貌主要为平均尺寸达 0.275 mm 的粗大 β 柱状晶,长度贯穿熔覆层,内部主要由相互垂直的针状马氏体相形成的网篮组织(basket weave)^[17]。图 4(c)所示为扫描电镜(SEM)下晶粒内部的网篮组织和魏氏组织以及少量 α 集束。由于激光能量密度高,冷却速率快,熔池内部固液界面两侧的合金元素来不及扩散,无法完成 β 至 α 的转变,而是发生无扩散型 α' (六方马氏体)相变,形成具有六方结构的过饱和固溶体 α' 马氏体相^[18-19]。 α' 马氏体相在原始 β 柱状晶(prior columnar β grain)内形核长大,会先形成相互平行的一次 α' 马氏体相,并沿着平行方向不断长大,直至遇到晶界后停止生长,接着会生成与一次 α' 马氏体相生长方向垂直的较细的二次针状 α' 马氏体相,不同晶界及晶粒的各向异性导致二次 α' 马氏体相在不同柱状晶中的生长方向不一致,从而呈现网篮状^[20]。多层多道熔覆时,如

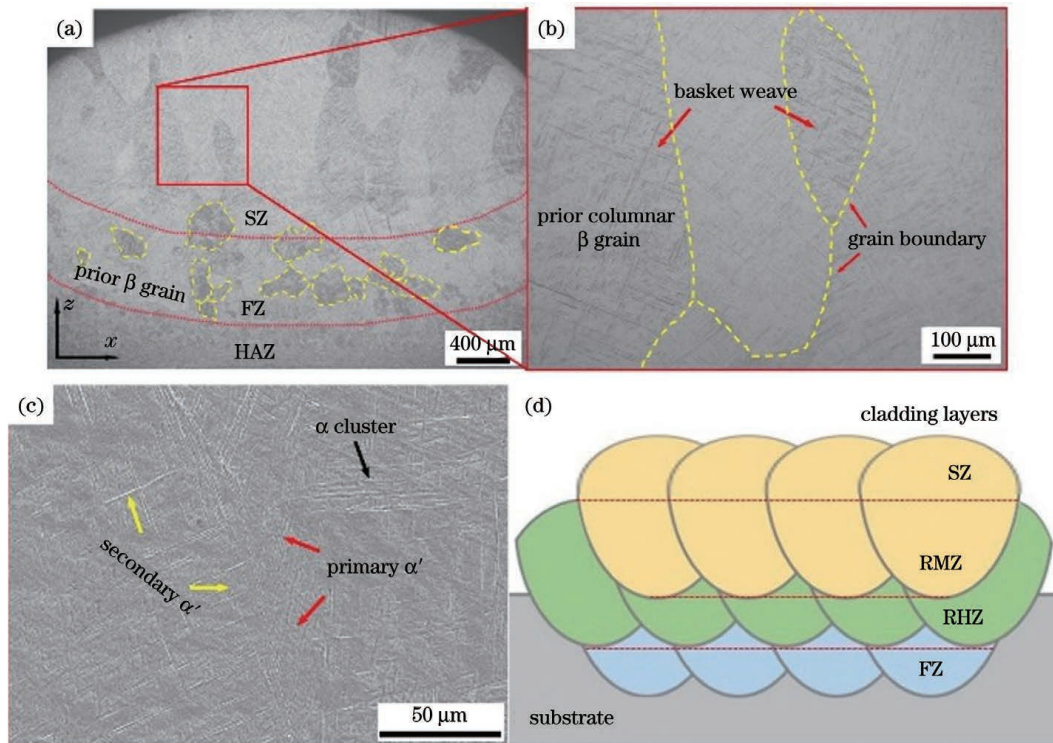


图 4 原始熔覆层的金相组织。(a)熔覆层;(b)柱状晶;(c)SEM图;(d)多层分区示意图
Fig. 4 Metallographic structures of original cladding layer. (a) Cladding layer; (b) columnar crystal; (c) SEM image; (d) schematic of multi-layer partition

图 4(d)所示,由于多道次再热作用和搭接的影响,熔覆层除了包括热影响区、熔合区和凝固区,还存在再热区(RHZ)和重熔区(RMZ)。

对所得的立体成形试样进行热循环模拟试验,采集到的热循环曲线如图 5 所示。TC4 钛合金在热循环过程中主要发生三种相变:同素异构转变、有序化转

变和共析转变。同素异构转变主要发生在高温条件下,是不稳定 β 相向 α 相的转变,这个过程主要受钒元素扩散控制^[8-9]。有序化转变会生成 Ti_3Al 等有序相,共析转变主要是不稳定 β 相的分解。由于低温对 TC4 钛合金相变影响较小,故冷却过程只关注从峰值温度到低于峰值温度 300 °C 的范围。

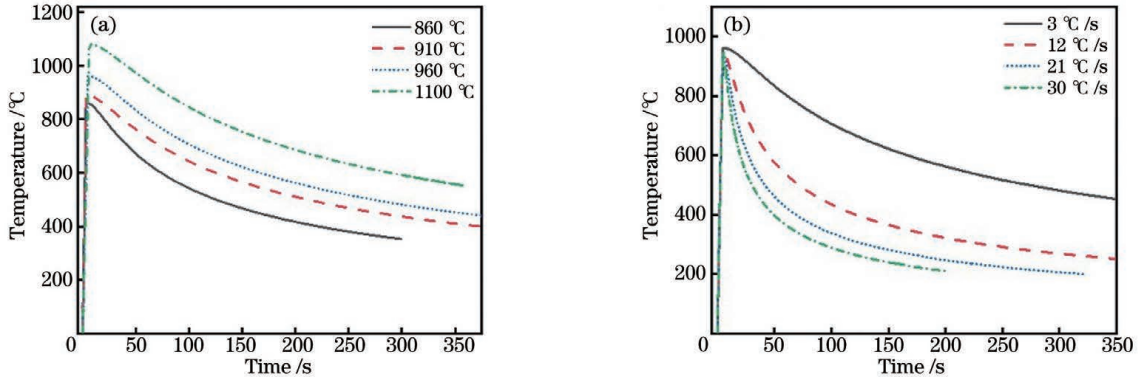


图 5 不同条件下的热循环曲线。(a)不同峰值温度;(b)不同冷却速率

Fig. 5 Thermal cycle curves under different conditions. (a) Different peak temperatures; (b) different cooling rates

图6和图7为不同热循环条件下试样的微观组织。图6为不同峰值温度下试样的微观组织,与单道成形相

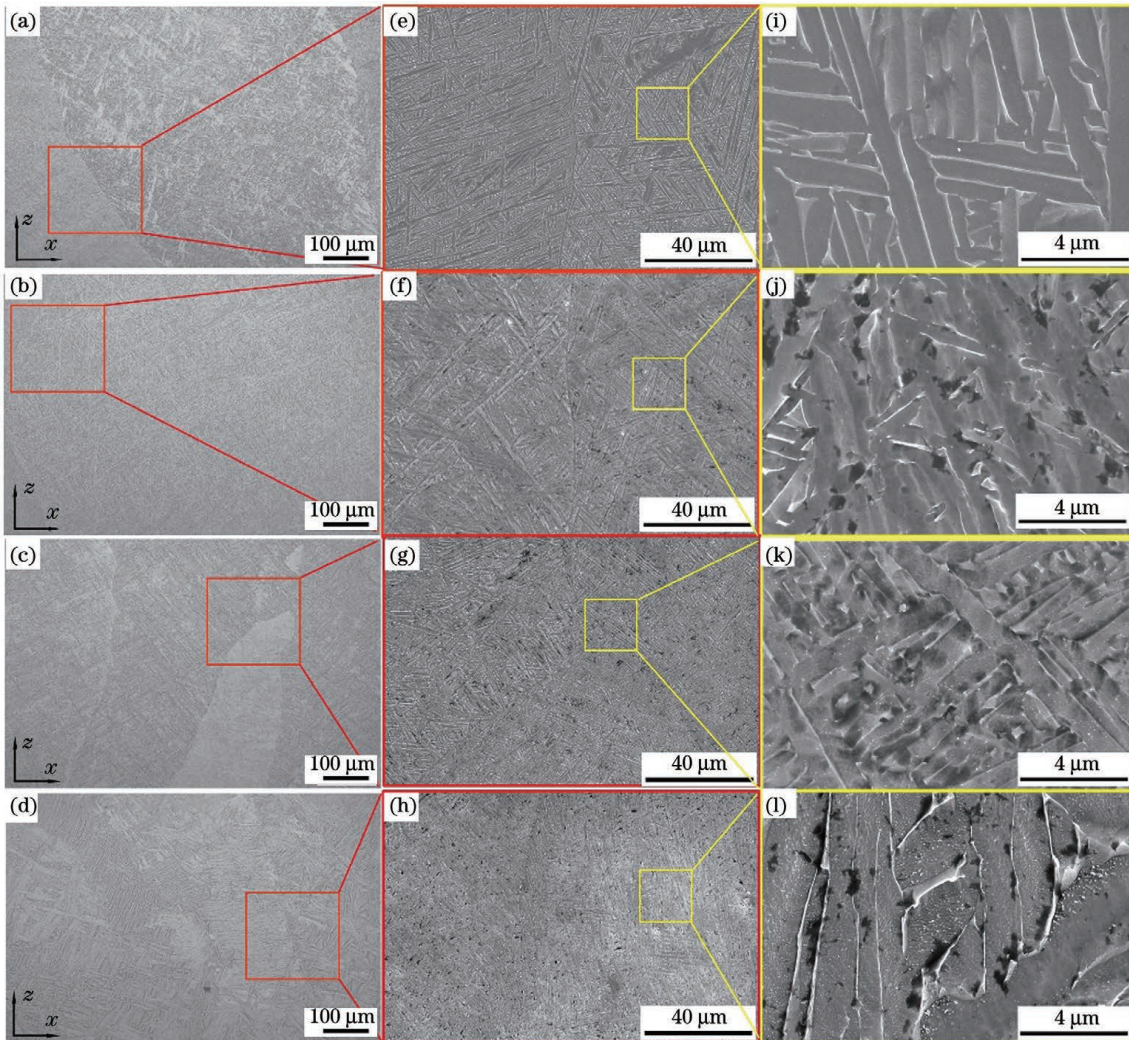


图 6 不同热循环峰值温度下的金相组织。(a)(e)(i)860 °C;(b)(f)(j)910 °C;(c)(g)(k)960 °C;(d)(h)(l)1100 °C

Fig. 6 Metallographic structures under different thermal cycle peak temperatures. (a)(e)(i) 860 °C; (b)(f)(j) 910 °C; (c)(g)(k) 960 °C; (d)(h)(l) 1100 °C

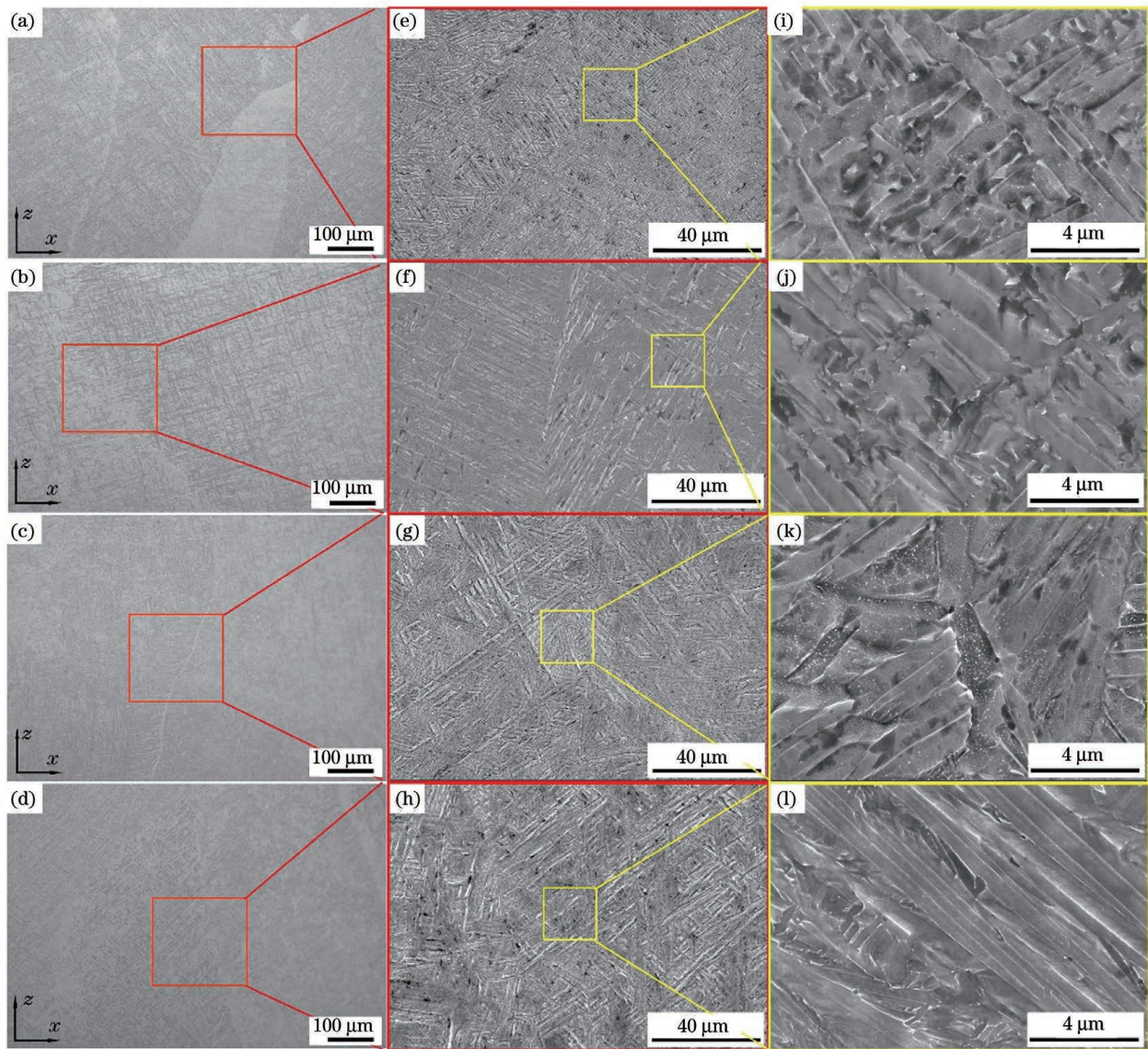


图 7 960 °C 时不同冷却速率下的金相组织。(a)(e)(i) 3 °C/s; (b)(f)(j) 12 °C/s; (c)(g)(k) 21 °C/s; (d)(h)(l) 30 °C/s

Fig. 7 Metallographic structures under different cooling rates at 960 °C. (a)(e)(i) 3 °C/s; (b)(f)(j) 12 °C/s; (c)(g)(k) 21 °C/s; (d)(h)(l) 30 °C/s

比,熔覆层中的 α 不再以集束形式出现^[21]。在经历不同温度的热循环作用后,试样内部的 β 相会发生分解,形成溶质原子贫化与富集交替分布的微观区域,显微组织呈现明暗分区现象,其中深色区域即为 β 相偏析。随着峰值温度的增加,深色区域的占比逐渐减小,即 β 偏析现象有所好转,特别是峰值温度达到 TC4 钛合金熔覆层 β 相变温度(995 °C)以上时,基体相变作用占主导地位,如图 6(d)所示,合金元素偏聚现象得到明显改善。此时, α 丛域取向多样,由 β 相转变生成的一次相 α_p 数量增加,尺寸粗化,长宽比减小,还有少量片状 α 被残余 β 相分离,形成 α/β 交替分布的片层组织。此外,生成的一次相 α_p 取向不一,增加了材料的各向异性,导致后续材料性能不稳定。如图 6(e)~(h)所示,随着热循环峰值温度的增加,晶粒尺寸减小,数量增加,晶界逐渐模糊,晶粒内部针状和网状组织先粗化再细化。结合图 8(a)中一次相 α_p 长宽比变

化规律,可知:当热循环峰值温度低于 β 相变温度时,晶粒内部一次相 α_p 的长宽比随峰值温度的上升而增大;当热循环峰值温度高于 β 相变温度时,晶粒内部一次相 α_p 的长宽比随峰值温度的上升而减小。另外,由图 6(i)~(l)可以看出:当热循环峰值温度为 860 °C 和 910 °C 时,仅发生一次相 α_p 尺寸粗化与偏聚现象,但当热循环峰值温度为 960 °C 和 1100 °C 时,晶粒及其内部组织尺寸细化, α 丛域数量增加。这是由于随着峰值温度的升高,原始 α 相向 β 相的转变更充分,冷却过程中有更多的 β 相转变为 α' 。此外,部分组织形貌由针状转变为片层状^[22-23],偏聚现象改善,针状组织间隙处出现金属颗粒团聚现象,特别是 1100 °C 时有明显的细小弥散相出现。

图 7 为不同冷却速率下试样的微观组织。如图 7(a)、(e)、(i)所示,在 3 °C/s 冷却速率下,试样晶界清晰,内部组织呈网篮状,在 β 晶粒内部存在长宽比

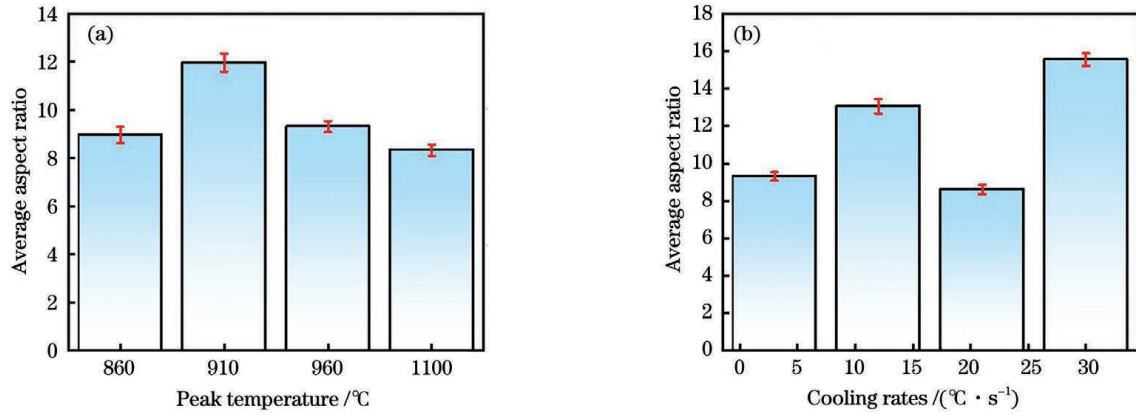


图 8 不同条件下 α_p 的平均长宽比。(a)不同峰值温度;(b)不同冷却速率

Fig. 8 Average aspect ratios of α_p under different conditions. (a) Different peak temperatures; (b) different cooling rates

较小且平行生长的一次相 α_p 片层。此时,由于冷却速率较慢,只发生由原子扩散引起的 α 相变^[24],变化后的组织是 α/β 的片层组织。当冷却速率增加到 12 °C/s 时,如图 7(b)所示,材料内部晶界逐渐模糊,说明此时晶界处发生了亚稳 β 相分解,属于扩散型相变。此外,如图 7(f)、(j)所示, β 晶内一次相 α_p 片层的间距增大,长宽比增加,即厚度减小。当冷却速率增加至 21 °C/s 时,不稳定 β 相在发生扩散型相变时,还伴随有序化转变,如图 7(c)、(g)、(k)所示,除了含有一次相 α_p ,还出现了少量弥散分布在片层间隙的小颗粒。冷却速率通过影响元素的扩散,进而影响片层 α 向 β 晶粒内部形核长大的过程。当冷却速率提高到 30 °C/s 时,如图 7(d)、(h)所示,微观组织出现垂直生长的针状组织。结合图 7(l)和图 8(b)可知,片层的厚度减小,长宽比显著增大,由于 α' 相与一次相 α_p 结构相同,且前者长宽比远大于后者,因此依据形貌判断图 7(l)中有 α' 相生成^[25]。说明此时合金元素来不及扩散,材料内部仅发生非扩散型马氏体相变。总体来看,随着冷却速率的增加,材料内部一次相 α_p 长宽比增大,形貌发生由片层向针状的转变^[26]。另外,在较大冷却速率区间,会同时发生亚稳 β 相的马氏体相变

和有序化转变。

3.2 XRD 物相分布

经 MDI Jade 软件处理后的 XRD 图谱如图 9 所示,其中 AW 为焊后熔覆层。焊后熔覆层物相主要包含 α -Ti、少量 β -Ti 和极少量 Ti_3Al 。 α -Ti 与 α' -Ti 晶体结构相同,但 α' -Ti 中的 V 元素含量较高^[27]。一般 Al 的质量分数达 5%~25% 时会有 Ti_3Al 有序相沉淀析出^[28]。从图 9 中可以看出,低于相变温度时弥散相 Ti_3Al 消失,达到相变温度时再次析出,它会对基体起到弥散强化的作用,但由于质地硬脆,会一定程度上降低材料的塑性和韧性。如图 9(a)所示,随着峰值温度的增加,谱峰位置轻微左移, β -Ti 衍射峰强度逐渐降低,960 °C 与 1100 °C 时出现 Ti_3Al 的衍射峰,1100 °C 时因为晶粒细化,谱图中还出现起伏很小的散漫峰。材料内部内应力状态的变化与由原子所处化学环境变化引起的内层电子结合能变化(化学位移)都会引起衍射线谱峰偏移。焊后熔覆层在立体成形急热快冷作用下,内部残留由热变形和体积变化不均引起的残余应力,经历变形后,TC4 双相钛合金中的两相处于不同的应力状态,晶粒间的平衡应力导致了衍射线的位移^[29],由于不同温度对残余应力的影响程度不同,因

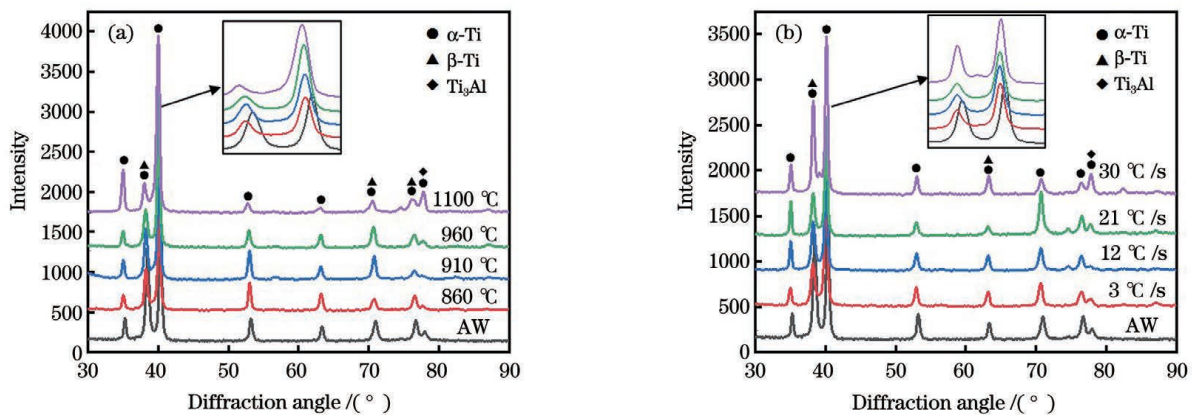


图 9 不同热循环条件下的试样 XRD 图谱。(a)不同峰值温度;(b)不同冷却速率

Fig. 9 XRD patterns of samples under different thermal cycle conditions. (a) Different peak temperatures; (b) different cooling rates

此在谱图上表现为不同程度的偏移。如图 9(b)所示,随着冷却速率的加快, β -Ti 和 α -Ti 衍射峰强度未发生显著变化,冷却速率较快时由于晶粒尺寸细小,出现了起伏很小的散漫峰。依据衍射强度理论,衍射强度随物相在混合物中的相对含量的增加而增强。因此,在加热过程中,随着峰值温度的增加,受扩散作用的影响,原始 α 相和 α_p 向 β 相的转变更充分,材料内部 α -Ti 含量减少,不同冷却速率对二者含量没有显著影响。

3.3 显微硬度分布

图 10(a)为试样内部两种不同相的硬度分布,深色部分为 β 相,与基体 α 相相比,二者硬度值没有明显变化。图 10(b)为试样横截面在不同热循环条件下硬度均值的分布图,对于焊后熔覆层,近似认为其硬度均匀分布,数值上取其平均值。当热循环峰值温度低于 $960\text{ }^\circ\text{C}$ 时,如图 10(b)所示,随冷却速率的增加,材料硬度总体上高于焊后熔覆层,呈先陡增再平稳后稍降的梯形变化。此时,试样内部未发生相变,晶粒生长时间随冷却速率的加快而缩短,从而硬度有所提高。当热循环峰值温度高于 $960\text{ }^\circ\text{C}$ 时,在加热和冷却过程中材料内部发生 α 相的溶解与 β 相的转变,随着冷却速率的增加,材料硬度先降低后趋于平稳。在 $3\text{ }^\circ\text{C/s}$ 冷却速率下慢冷时,随着峰值温度的增加,硬度整体呈增

大趋势;当冷却速率高于 $3\text{ }^\circ\text{C/s}$ 时,随着温度的增加,硬度在高于焊后熔覆层硬度的基础上先降低后增大。对于热循环试验(温度为 $860\text{ }^\circ\text{C}$ 和 $910\text{ }^\circ\text{C}$)试样,在 $3\text{ }^\circ\text{C/s}$ 冷却速率下,其硬度值低于焊后熔覆层硬度。这是由于在相变温度以下对试样进行热循环模拟时,试样内部晶粒长大,网篮组织与一次相 α_p 粗化^[30],且晶粒内部无强化相,因此硬度相比焊后熔覆层有所降低;同时,晶粒长大和组织粗化使得晶界数量减少,从而硬度分布的波动较小。而当峰值温度为 $960\text{ }^\circ\text{C}$ 和 $1100\text{ }^\circ\text{C}$ 时,则试样硬度明显高于焊后熔覆层。这是因为当热循环温度在相变温度以上时,试样内部发生亚稳相 β 的同素异构转变和共析转变,原始 β 柱状晶尺寸减小,晶界数量增加。此外,在 β 柱状晶内转变生成的一次相 α_p 和 α' 相均能起到细化组织的作用,且 $1100\text{ }^\circ\text{C}$ 时晶粒内部发生有序转变,在 α' 马氏体相间隙中有亚微米级有序相 Ti_3Al 弥散析出,会进一步对材料起到弥散强化的作用,因此在 $960\text{ }^\circ\text{C}$ 和 $1100\text{ }^\circ\text{C}$ 温度下进行热处理后,材料内部发生细晶强化和弥散强化^[31],硬度明显上升。当冷却速率高于 $21\text{ }^\circ\text{C/s}$ 时,硬度值逐渐趋于平稳。这是由于随着冷却速率的加快,硬脆相来不及析出,此外一次相 α_p 的长宽比逐渐增大,晶粒内部组织趋于均一,因此硬度在减小的同时分布也趋于均匀。

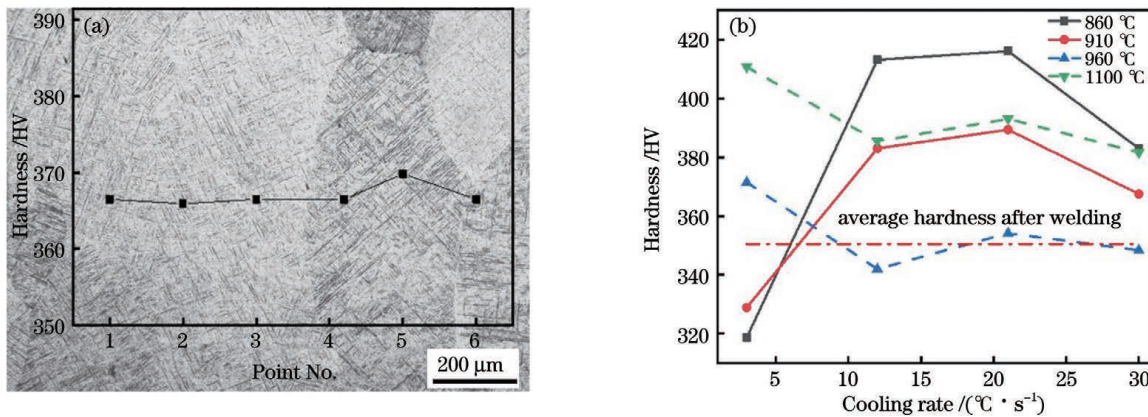


图 10 硬度分布。(a) 不同组织的硬度;(b) 硬度均值分布

Fig. 10 Hardness distributions. (a) Hardnesses of different tissues; (b) mean distribution of hardness

3.4 微剪切及断口分析

不同峰值温度和不同冷却速率下试样的热影响区微剪切曲线如图 11 所示。曲线大致对应四个阶段:弹性阶段、塑性阶段、裂纹形成和扩展阶段、完全断裂阶段。不同于拉伸,微剪切曲线线性变化部分对应塑性阶段,线性与非线性之间的转折点对应屈服点,屈服点以右为裂纹形成和扩展区(CPZ),如图 11 中箭头所示。不同峰值温度和不同冷却速率下弹性阶段和均匀塑性阶段的曲线没有明显变化。塑性变形开始后,应力值逐渐高于塑性变形起始的应力值,说明材料经历一定塑性变形后屈服应力升高,产生了应变强化或加工硬化^[32]。如图 11(a)所示,在相变温度以下,随着峰值温度的增加,材料的剪切强度升高,裂纹形成及扩展

区域的范围增大,说明材料塑性有所改善。但 $1100\text{ }^\circ\text{C}$ 时曲线在形变强化过程中出现了局部失稳现象,这种现象通常是由切应力作用下位错的孪生变形机制造成的。滑移和孪生都会造成位错变形,但滑移比较平缓,所以曲线较光滑且连续,孪生则呈锯齿状^[33]。当材料内部的应变速率超过试验机夹头的运动速率时,局部应力松弛,在曲线上表现出齿形特征。结合图 6(1)和图 9(a)分析,可以进一步推断这种失稳现象与材料内部弥散分布的亚微米级硬脆相 Ti_3Al 也有联系,内部 Ti_3Al 强化颗粒在对试样起弥散强化作用时,其分布的随机性也造成材料局部性能不均匀,在曲线上表现为齿状失稳现象。如图 11(b)所示,随着冷却速率的增加,材料的剪切强度逐渐减小,但 $3\text{ }^\circ\text{C/s}$ 和 $21\text{ }^\circ\text{C/s}$

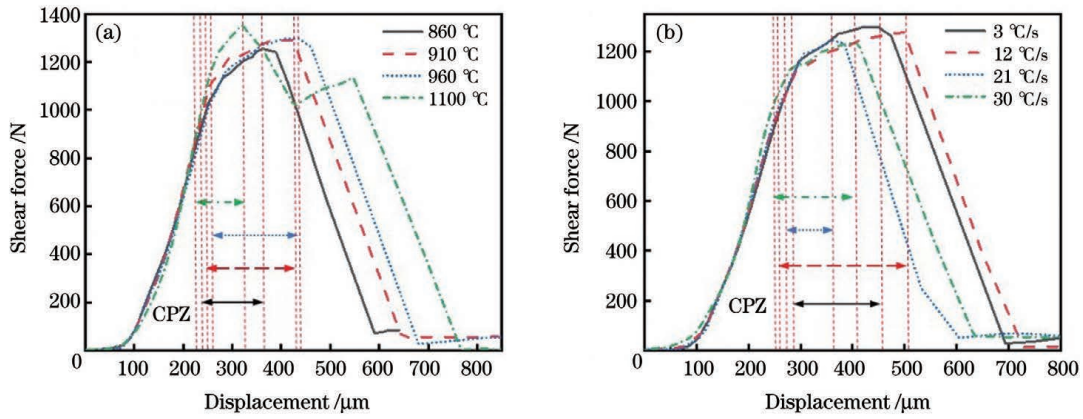


图 11 不同热循环条件下的微剪切曲线图。(a)不同峰值温度;(b)不同冷却速率

Fig. 11 Micro-shear curves under different thermal cycle conditions. (a) Different peak temperatures; (b) different cooling rates

冷却速率下裂纹形成及扩展区域有缩小趋势。结合图 6(k)和图 9(b)分析可知,这是由于在这两个冷却速率区间内有硬脆相 Ti_3Al 生成,材料的裂纹敏感性增强,裂纹形成和扩展的速率加快,在曲线上表现为裂纹形成和扩展的区域缩小,但由于硬脆相数量极少且分布均匀,故其只增加了材料的脆性,并未造成明显的材料性能波动。

图 12 为不同峰值温度下的微剪切宏观和微观断口形貌。剪切断裂是材料在切应力作用下沿滑移面分离而形成的,可分为纯剪切断裂和微孔聚集型断裂。前者断口呈锋利的楔形(单晶金属)或刀尖形(多晶体金属完全韧性断裂);后者断口呈韧窝状,韧窝形状因应力状态不同分为等轴韧窝、拉长韧窝、撕裂韧窝三类^[34]。图 12(a)所示为 860 °C 下断口的宏

观形貌,呈灰暗色河流花样。如图 12(e)所示,其微观形貌出现明显撕裂状。随温度的升高,如图 12(b)、(f)所示,端口宏观形貌呈纤维状,韧窝被拉长。当温度升高至 960 °C 时,如图 12(c)所示,断口宏观形貌较为平齐。如图 11(g)所示,断口韧窝呈等轴状。峰值温度达到 1100 °C 时,如图 12(d)所示,断口形貌为结晶状和纤维状的混合,说明经过更高峰值温度热循环后 TC4 熔覆层的脆性增加。图 12(h)为 I、II 区域局部断口形貌, I 区断口呈解理断裂形貌, II 区出现解理台阶和韧窝的交替分布。综上所述,当峰值温度在 960 °C 以下时,材料断裂机制均为微孔聚集型断裂,相对韧性较好,但随着峰值温度的增加,断裂机制存在由韧性断裂向脆性断裂转变的趋势。

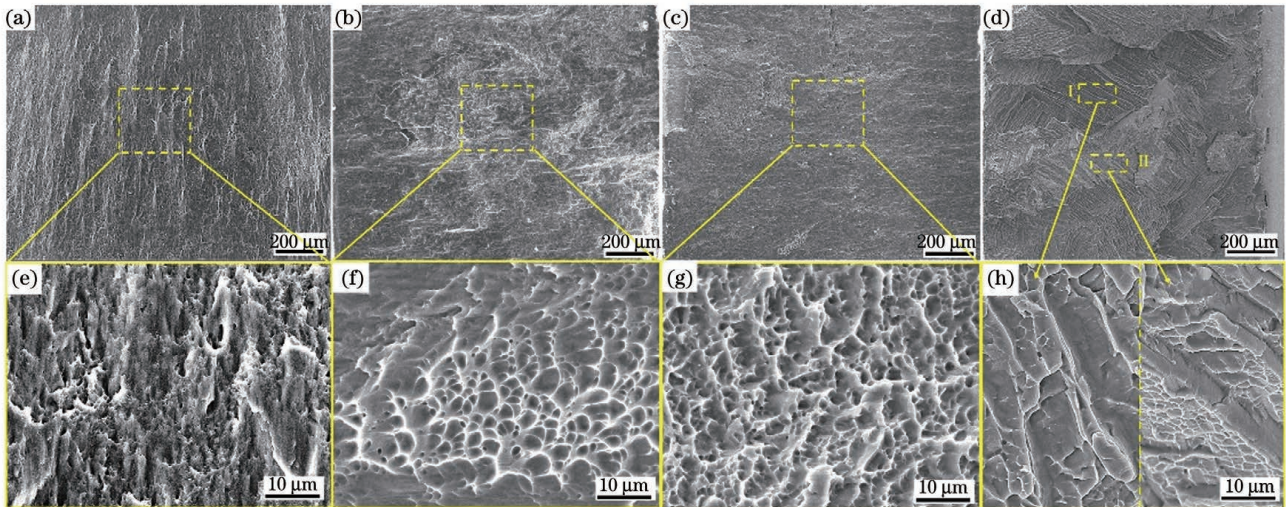


图 12 不同峰值温度下的微剪切断口。(a)860 °C;(b)910 °C;(c)960 °C;(d)1100 °C

Fig. 12 Micro-shear fractures under different peak temperatures. (a) 860 °C; (b) 910 °C; (c) 960 °C; (d) 1100 °C

图 13 为不同冷却速率下的微剪切宏观和微观断口形貌。热循环模拟过程中冷却速率对材料的断裂机制没有显著影响。当峰值温度为 960 °C 时,扫描电镜下其断口形貌均为形状和大小不同的韧窝,说明材料断裂机制为微孔聚集型的韧性断裂。如图 13(a)、(e)所示,低冷却速率下的宏观断口较平齐,韧窝形

貌呈等轴状。随冷却速率的加快,如图 13(b)、(c)所示,宏观断口有明暗分区,说明断口不平整。当冷却速率升高到 30 °C/s 时,如图 13(d)所示,宏观断口有明显的分层现象。此外,从图 13(f)~(h)的变化可以看出,随冷却速率的升高,断口的韧窝尺寸变小、深度变浅。

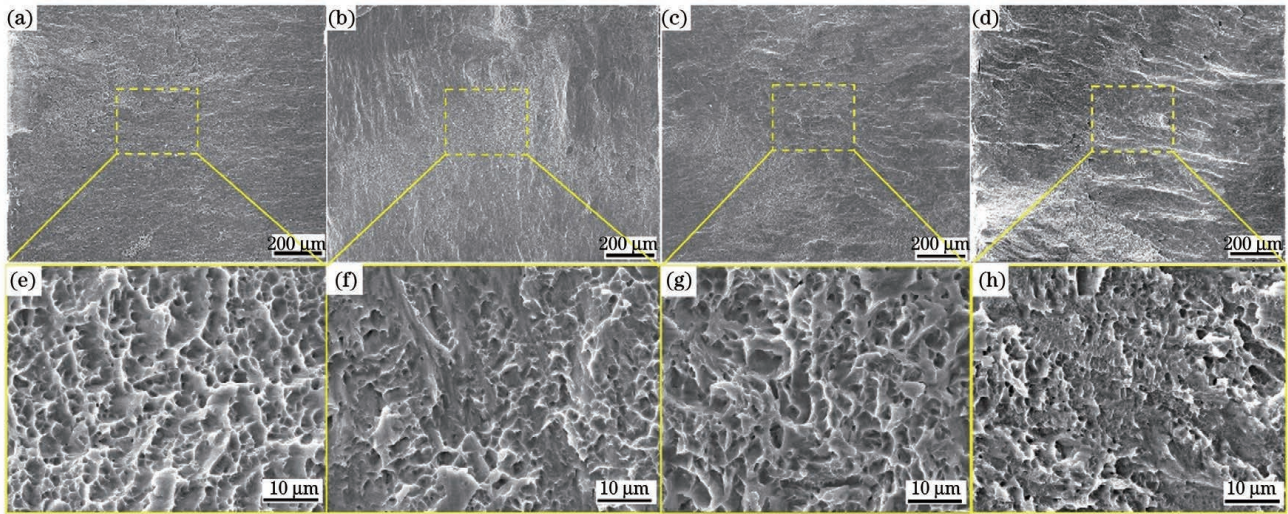


图 13 不同冷却速率下的微剪切断面。(a)3 °C/s;(b)12 °C/s;(c)21 °C/s;(d)30 °C/s

Fig. 13 Micro-shear fractures under different cooling rates. (a) 3 °C/s; (b) 12 °C/s; (c) 21 °C/s; (d) 30 °C/s

4 结 论

当热循环模拟温度低于 960 °C 时,随峰值温度的升高,TC4 钛合金内部组织粗化,一次相 α_p 的长宽比增加,材料硬度随冷却速率的增加呈先陡增再平缓后稍降的梯形变化趋势,剪切强度升高,材料塑性得到改善。当热循环模拟温度高于 960 °C 时,随峰值温度的升高,晶粒细化,一次相 α_p 的长宽比减小,有少量有序转变相 Ti_3Al 生成。材料硬度在高于焊后熔覆层硬度的基础上,随冷却速率的增加先降低后趋于稳定,剪切强度增大,材料塑性降低。在 3 °C/s 冷却速率下慢冷时,随峰值温度的增加,材料硬度增加。当冷却速率大于 3 °C/s 时,随峰值温度的增加,材料硬度先降低后趋于稳定,材料内部发生马氏体相变,一次相 α_p 的长宽比增加,相貌由层片状转为针状。当冷却速率高于 12 °C/s 时,出现少量有序相 Ti_3Al 颗粒,随峰值温度的升高,材料硬度略微升高并趋于稳定,材料脆性增加。

参 考 文 献

- [1] Zhu Y Y, Tang H B, Li Z, et al. Solidification behavior and grain morphology of laser additive manufacturing titanium alloys [J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, 777: 712-716.
- [2] Yang G, Wang B, Qin L, et al. Microstructure and properties of TC4 titanium alloy by laser deposition and wire & arc additive manufacturing [J]. *Rare Metals*, 2018, 42(9): 903-908.
- [3] 蔡小叶, 胡家齐, 程宗辉, 等. 飞机进气口格栅激光选区熔化成形技术研究 [J]. *激光与光电子学进展*, 2021, 58(17): 1714007.
Cai X Y, Hu J Q, Cheng Z H, et al. Selective laser melting technology applied into aircraft air inlet protective grilling [J]. *Laser & Optoelectronics Progress*, 2021, 58(17): 1714007.
- [4] 阮雪茜, 林鑫, 黄春平, 等. TC4 合金激光立体成形孔洞类缺陷的超声检测 [J]. *中国激光*, 2015, 42(12): 1203001.
Ruan X Q, Lin X, Huang C P, et al. Ultrasonic nondestructive testing of hole type defects in laser solid forming TC4 alloy [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2015, 42(12): 1203001.
- [5] Zhan Y, Zhang E D, Ge Y M, et al. Residual stress in laser welding of TC4 titanium alloy based on ultrasonic laser technology [J]. *Applied Sciences*, 2018, 8(10): 1997.
- [6] Weng F, Chen C Z, Yu H J. Research status of laser cladding on titanium and its alloys: a review [J]. *Materials & Design*, 2014, 58: 412-425.
- [7] 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.
- [8] 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.
- [9] Kelly S M. Thermal and microstructure modeling of metal deposition processes with application to Ti-6Al-4V [D]. Virginia: Blacksburg, 2004: 76-81.
- [10] Chesnutt J C, Rhodes C G, Williams J C. Relationship between mechanical properties, microstructure, and fracture topography in $\alpha+\beta$ [M]//Fractography-microscopic cracking processes. West Conshohocken: ASTM International, 1976: 99-138.
- [11] 王普强, 王豫跃, 吴梦杰, 等. 热处理对 LMD TC4 组织、力学性能及各向异性的影响 [J]. *中国激光*, 2021, 48(10): 1002116.
Wang P Q, Wang Y Y, Wu M J, et al. Effects of heat treatment on microstructure, mechanical properties, and anisotropy of laser melting deposited TC4 [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2021, 48(10): 1002116.
- [12] Guo P, Zhao Y Q, Zeng W D, et al. The effect of microstructure on the mechanical properties of TC4-DT titanium alloys [J]. *Materials Science and Engineering: A*, 2013, 563: 106-111.
- [13] Wang W, Xu X W, Ma R X, et al. The influence of heat treatment temperature on microstructures and mechanical properties of titanium alloy fabricated by laser melting deposition [J]. *Materials*, 2020, 13(18): 4087.
- [14] 王佳伟. TC4 合金激光增材制造显微组织的表征与数值模拟 [D]. 上海: 上海交通大学, 2016.
Wang J W. Characterization and numerical simulation on the microstructure of laser additive manufactured TC4 alloy [D]. Shanghai: Shanghai Jiao Tong University, 2016.
- [15] 马瑞鑫, 徐国建, 刘占起, 等. 正火温度对激光 3D 打印钛合金组织及拉伸性能的影响 [J]. *中国激光*, 2019, 46(7): 0702008.
Ma R X, Xu G J, Liu Z Q, et al. Effect of normalizing temperature on microstructures and tensile properties of laser three-dimensional-printed titanium alloy [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2019, 46(7): 0702008.
- [16] 张宏伟, 张顶立, 张天刚, 等. TC4 表面原位合成 TiC 增强钛基

- 复合激光熔覆层的组织及摩擦学性能[J]. 激光与光电子学进展, 2021, 58(1): 0114001.
- Zhang H W, Zhang D L, Zhang T G, et al. Microstructure and tribological properties of in situ TiC-reinforced Ti-based composite coating by laser cladding on TC4 surface[J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2021, 58(1): 0114001.
- [17] 李静, 林鑫, 钱远宏, 等. 激光立体成形 TC4 钛合金组织和力学性能研究[J]. 中国激光, 2014, 41(11): 1103010.
- Li J, Lin X, Qian Y H, et al. Study on microstructure and property of laser solid forming TC4 titanium alloy[J]. Chinese Journal of Lasers, 2014, 41(11): 1103010.
- [18] Olakanmi E O, Cochrane R F, Dalgarno K W. A review on selective laser sintering/melting (SLS/SLM) of aluminium alloy powders: processing, microstructure, and properties [J]. Progress in Materials Science, 2015, 74: 401-477.
- [19] 冯晓甜, 顾宏, 周圣丰, 等. 送粉式激光增材制造 TC4 钛合金熔覆层组织及电化学腐蚀行为的研究[J]. 中国激光, 2019, 46(3): 0302003.
- Feng X T, Gu H, Zhou S F, et al. Microstructure and electrochemical corrosion behavior of TC4 titanium alloy cladding layer prepared with powder feeding laser additive manufacturing [J]. Chinese Journal of Lasers, 2019, 46(3): 0302003.
- [20] 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.
- [21] 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.
- 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.
- [22] He B B, Wu W H, Zhang L, et al. Microstructural characteristic and mechanical property of Ti₆Al₄V alloy fabricated by selective laser melting[J]. Vacuum, 2018, 150: 79-83.
- [23] 窦恩惠, 肖美立, 柯林达, 等. 热处理对激光选区熔化成形 TC11 钛合金组织性能的影响[J]. 中国激光, 2021, 48(6): 0602117.
- Dou E H, Xiao M L, Ke L D, et al. Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of selective-laser-melted TC11 titanium alloys [J]. Chinese Journal of Lasers, 2021, 48(6): 0602117.
- [24] 单奇博, 刘忱, 姚静, 等. 扫描策略对激光熔化沉积态 TC4 钛合金组织性能及残余应力的影响[J]. 激光与光电子学进展, 2021, 58(11): 1114002.
- Shan Q B, Liu C, Yao J, et al. Effects of scanning strategy on the microstructure, properties, and residual stress of TC4 titanium alloy prepared by laser melting deposition[J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2021, 58(11): 1114002.
- [25] 李佳宜, 刘玉德, 周裕圣, 等. 激光重熔对 TC4 选区激光熔化成形质量及力学性能的影响[J]. 激光与光电子学进展, 2022, 59(5): 0514006.
- Li J Y, Liu Y D, Zhou Y S, et al. Effect of laser remelting on quality and mechanical properties of selective laser melting of TC4 [J]. Laser & Optoelectronics Progress, 2022, 59(5): 0514006.
- [26] Katzarov I, Malinov S, Sha W. Finite element modeling of the morphology of β to α phase transformation in Ti-6Al-4V alloy [J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2002, 33(4): 1027-1040.
- [27] Jin N, Yan Z Y, Wang Y W, et al. Effects of heat treatment on microstructure and mechanical properties of selective laser melted Ti-6Al-4V lattice materials[J]. International Journal of Mechanical Sciences, 2021, 190: 106042.
- [28] 王浩, 张天刚, 王涛. Ti811 表面 TC4 激光熔覆层的 β 相变行为[J]. 金属热处理, 2019, 44(1): 167-171.
- Wang H, Zhang T G, Wang T. B phase transformation behavior of TC4 laser cladding on Ti811 surface [J]. Heat Treatment of Metals, 2019, 44(1): 167-171.
- [29] 周玉. 材料分析方法[M]. 北京: 机械工业出版社, 2020.
- Zhou Y. Materials analysis methods [M]. Beijing: Machinery Industry Press, 2020.
- [30] Wu S Q, Lu Y J, Gan Y L, et al. Microstructural evolution and microhardness of a selective-laser-melted Ti-6Al-4V alloy after post heat treatments [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2016, 672: 643-652.
- [31] 李晓娜. 材料微结构分析原理与方法[M]. 大连: 大连理工大学出版社, 2014.
- Li X N. Principles and methods in materials microstructure analysis [M]. Dalian: Dalian University of Technology Press, 2014.
- [32] 张赤心. 金属机械性能的微型试验法[M]. 武汉: 华中工学院出版社, 1984.
- Zhang C X. Miniature test method for mechanical properties of metals [M]. Wuhan: Huazhong Institute of Technology Press, 1984.
- [33] 陶杰, 姚正军, 薛烽. 材料科学基础[M]. 北京: 化学工业出版社, 2018.
- Tao J, Yao Z J, Xue F. Materials science fundamentals [M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2018.
- [34] 时海芳, 任鑫. 材料力学性能[M]. 北京: 北京大学出版社, 2015.
- Shi H F, Ren X. Material mechanical properties [M]. Beijing: Peking University Press, 2015.

Influence of Laser Cladding Thermal Cycle on Microstructure and Mechanical Properties of TC4

Bai Wenqian, Chen Jingqing*

School of Materials Science and Engineering, Southwest Jiaotong University, Chengdu 610031, Sichuan, China

Abstract

Objective TC4 titanium alloy is prone to β -phase and ordering transformation near the phase transition temperature due to its dual-phase composition characteristics. When the laser cladding is used to manufacture TC4 titanium alloy moldings, the high-temperature gradient and rapid solidification during the cladding process occur. The accumulation of thermal stress, an easy occurrence, will cause cracks to develop inside the molded part. Additionally, the structure of TC4 titanium alloy is unstable under high-temperature environments, and the rapid cooling and heating during the laser

cladding process will make the base metal grains at the bottom of the molten pool epitaxial growth leading to the arrangement of the original β columnar grains along the deposition direction to form a typical solidified texture. The resulting columnar grain structure and nonequilibrium phase will further reduce the mechanical strength of the material. Furthermore, in the preparation of multilayer and multichannel samples, the change in the interlayer temperature will cause a change in the cooling rate, which will affect the transformation of the metastable β phase, and the different transformation products will affect the properties of the material. Therefore, given the uneven mechanical properties of the TC4 titanium alloy laser cladding structure during the reheating thermal cycle, the thermal simulator is used to reproduce the effect of the reheating thermal cycle during the multipass laser cladding process. The laser cladding thermal cycle and the effects of its characteristics on the microstructure and properties of TC4 titanium alloy are also investigated.

Methods In this paper, the thermal simulation testing machine is used to conduct thermal cycle tests on TC4 titanium alloys to explore the effects of thermal cycle peak temperature and cooling rate on its microstructure transformation and mechanical properties. The coaxial powder feeding laser additive manufacturing (LAM) technology is used to prepare the TC4 titanium alloy cladding material on the surface of the titanium alloy substrate. Subsequently, the thermal simulator is used to prepare the samples based on the TC4 titanium alloy cladding material for thermal cycle simulation experiments at varying peak temperatures and cooling rates. The metallographic structure analysis, scanning electron microscope observation, X-ray diffraction composition analysis, and microhardness and microshear tests are conducted to determine the effect of thermal cycle on the microstructure and properties of the formed parts.

Results and Discussions After thermal cycle simulations at different temperatures, as shown in Fig. 6, the β phase inside the sample decomposes, forming a microscopic region with alternating rich and poor solute atoms, and the microstructure exhibits bright and dark partitions. As the peak temperature increases, the proportion of dark parts gradually decreases, indicating that the β -segregation phenomenon has improved, especially when the peak temperature reaches above the phase transition temperature of TC4 titanium alloy ($995\text{ }^{\circ}\text{C}$), the matrix transformation effect dominates. The orientation of α -clusters is diverse, the number of primary phases α_p generated by β -phase transformation increases, the size becomes thicker, the aspect ratio decreases, and a small amount of flaky α is separated by the remaining β phases, forming the lamellar structure with alternating α/β distribution. As the cooling rate increases, the type of material phase transition changes. When the cooling rate is $21\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{s}$, the unstable β phase undergoes a diffusive phase transition and an orderly transition, as shown in Figs. 7(c), (g), and (k); in addition to the primary phase α_p , a small number of small particles dispersed in the interlamellar space also appear. When the cooling rate is $30\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{s}$, the α' phase is formed. The results in Fig. 9 show that as the peak temperature increases, the original α -phase and α_p are more fully transformed into β -phase due to the effect of diffusion, so the content of α -Ti in the material decreases. The results in Fig. 10 show that the distribution of β phase is not uniform and the hardness change is not obvious. When the peak temperature of the thermal cycle is lower than $960\text{ }^{\circ}\text{C}$, with the increase in cooling rate, the hardness of the postweld material is generally higher than that of the cladding layer, showing a trapezoidal change, rising sharply at first, then smoothly, and then slightly decreasing. There is no phase change in the sample, and the grain growth time is shortened with the acceleration of the cooling rate, thereby increasing the hardness. When the peak temperature of thermal cycle is higher than $960\text{ }^{\circ}\text{C}$, the dissolution of the α phase and the transformation of the β phase occur during the heating and cooling of the material. With the increase in cooling rate, the hardness of the material first decreases and then stabilizes. According to the microshear test results (Fig. 11) and fracture morphology analysis (Figs. 12 and 13), the fracture mechanism of the material is micropore aggregation and fracture at the peak temperature below $960\text{ }^{\circ}\text{C}$ has good toughness. The fracture mechanism changes from ductile fracture to brittle fracture with increased peak temperatures.

Conclusions The results show that microstructure coarsening occurs inside the material when the peak temperature is lower than $960\text{ }^{\circ}\text{C}$. The aspect ratio of primary phase α_p grows with the increase of temperature. The allotropic transformation and ordering transformation of the metastable β phase at the grain boundary occur as the peak temperature reaches $1100\text{ }^{\circ}\text{C}$, resulting in the formation of Ti_3Al ordered phase, the reduction of the aspect ratio of the primary phase α_p , the refinement of the structure, and the significant increase of the hardness and the crack sensitivity. When the cooling rate increases, the phase transformation type changes from metastable β -phase allotropic transformation to martensitic transformation, the primary phase α_p morphology changes from lamellar to needle-like, and the material hardness gradually tends to be stable, but when the cooling rate is higher than $12\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{s}$, the hardness of the material increases slightly due to the formation of Ti_3Al .

Key words laser technique; titanium alloy; laser cladding; thermal cycle; microstructure