

热等静压对激光直接沉积 Ti60 合金组织与拉伸性能的影响

蒋 帅¹, 李怀学², 石志强¹, 王玉岱², 黄柏颖², 周永强¹

(1. 中国石油大学(华东) 材料科学与工程系, 山东 青岛 266580;

2. 北京航空制造工程研究所, 北京 100024)

摘 要: 利用激光直接沉积技术成形 Ti60 合金, 研究热等静压—双重退火对激光直接沉积 Ti60 合金缺陷、组织及拉伸性能的影响。结果表明: 激光直接沉积 Ti60 合金存在气孔和未熔合两种缺陷, 经热等静压处理后, 气孔和尺寸较小的未熔合缺陷消除; 沉积态试样底部和中部为柱状晶, 顶部为等轴晶, 显微组织为魏氏组织, 由板条 α 和板条间 β 组成; 经热等静压—双重退火处理后, 晶界 α 消融, 大部分原始 β 晶界消失, α 板条粗化, 长宽比减小, 显微组织变为网篮组织; 与锻件相比, 沉积态试样拉伸强度较高, 塑性较低, 经热等静压—双重退火处理后, 其塑性达到了锻件标准。

关键词: 增材制造; 激光直接沉积; 钛合金; Ti60; 热等静压

中图分类号: V261.8 **文献标志码:** A **文章编号:** 1007-2276(2015)01-0107-05

Effects of hot isostatic pressing on microstructure and tensile properties of direct laser deposited Ti60 alloys

Jiang Shuai¹, Li Huaixue², Shi Zhiqiang¹, Wang Yudai², Huang Baiying², Zhou Yongqiang¹

(1. Department of Materials Science and Engineering, China University of Petroleum, Qingdao 266580, China;

2. Beijing Aeronautical Manufacturing Technology Research Institute, Beijing 100024, China)

Abstract: Ti60 alloys were fabricated by using direct laser deposition (DLD) technology and it was studied that the effects of hot isostatic pressing (HIP) on defects, microstructure and tensile properties of the DLD Ti60 alloys. The results show that there are two typical kinds of defects in the DLD Ti60 alloys, which are pores and lack of fusion. After HIP treatment, pores and the small size of lack of fusion are eliminated. There are columnar crystals at the bottom and the middle of the as-deposited specimens, but at the top of the specimens are equiaxed grains. The microstructure is widmanstatten structure, which is composed of alpha laths and beta between the laths. After HIP and double annealing treatment, the grain boundary alpha melting, the most of the original beta grain boundaries disappear, alpha laths coarsening, the length-width ratio decreases, and the microstructure becomes basket-weave microstructure. Compared with the forgings, the as-deposited specimens have a high tensile strength with a low plasticity, after HIP and double annealing treatment, the plasticity of the as-deposited specimens exceeds the standards of the forgings.

Key words: additive manufacturing; direct laser deposition; titanium alloy; Ti60; hot isostatic pressing

收稿日期: 2014-05-18; 修订日期: 2014-06-20

基金项目: A 计划(KZ101103114); 航空支撑(KZ031105114)

作者简介: 蒋帅(1988-), 男, 硕士生, 主要从事激光加工方面的研究。Email: jiang_shuai2008@126.com

导师简介: 李怀学(1977-), 男, 高级工程师, 博士, 主要从事激光增材制造及修复方面的研究。Email: lhx1022@126.com

0 引言

近年来,航空发动机压气机的工作温度已经达到或超过 600 ℃,为了满足提高航空发动机推重比的需求,我国自行设计了 600 ℃高温钛合金 Ti60^[1]。Ti60 合金属于 Ti-Al-Sn-Zr-Mo-Si 系的近 α 型高温钛合金,具有优良的综合性能,在 600 ℃下,Ti60 合金具有较高的热强性、抗氧化性和热稳定性,已成为飞机发动机整体叶盘的候选材料之一^[2]。但是,由于钛合金熔炼、锻造困难,成形工艺性能差,采用传统成形方法制备 Ti60 合金零件工艺复杂、材料利用率低、生产周期长、成本高,且机械切削加工效率特别低。

激光直接沉积技术,采用“离散+堆积”的增材制造思想,实现了高性能复杂结构致密金属零件的快速、无模具、近终成形^[3],制备的零件组织细密、成分均匀、力学性能优异、近终成形,可以克服传统成形方法的缺点。采用激光直接沉积制备的钛合金零件性能达到锻件标准,在锻件基体上进行修复成形的零件满足使用要求,因此可用于修复形状复杂或体积较大的制造缺陷、误加工损伤以及服役过程中的损伤^[4],在工业生产及国防工业领域具有重要的应用前景。

目前,国内外已经对 600 ℃高温钛合金进行了大量的研究,包括英国的 IMI834、美国的 Ti-1100、俄罗斯的 BT36 和 BT18Y,以及中国的 Ti60、Ti60A、Ti600 和 TG6 等^[1]。由于激光直接沉积高温钛合金的凝固组织与传统锻造合金存在很大的差异,其显微组织和力学性能必然有其特性,因此研究激光直接沉积高温钛合金的组织演变规律、力学性能,以及热等静压对组织和力学性能的影响,具有重要的意义^[5-6]。迄今为止,有关热等静压对激光直接沉积 Ti60 合金缺陷、组织与拉伸性能的影响的研究未见报道。文中将激光直接沉积成形件进行热等静压和双重退火处理,研究热等静压—双重退火对激光直接沉积 Ti60 合金缺陷、组织与拉伸性能的影响。

1 实验材料与方法

实验成形系统主要包括 YAG 激光器、6 轴机械手及控制操作装置、惰性气体保护室、同轴送粉装

置。实验基板为 150 mm×200 mm×30 mm 的 TA15 钛合金锻造板,基板表面喷砂处理。实验粉末为采用超声气体雾化法制备的球形粉末,粒度为 80~200 目,化学成分见表 1,实验前粉末在 120 ℃下烘干 4 h,以除去粉末中吸收的水分。载粉气、同轴气和保护气均为高纯氩气。

激光直接沉积工艺参数:激光功率 1.4~1.5 kW,圆形光斑,光斑直径 5 mm,激光扫描速度 8~10 mm/s,送粉速率 2.0~5.0 g/min,搭接率 30%~50%,单层增量 0.2~0.5 mm。

表 1 Ti60 合金粉末化学成分

Tab.1 Chemical compositions of Ti60 alloy powder($\omega\%$)

Al	Mo	Zr	Si	Nb	Ta
5.64	0.92	3.08	0.42	0.39	1.02
Sn	C	O	N	H	Ti
3.78	0.007	0.08	0.0043	0.0014	Bal.

将激光直接沉积试件进行 920 ℃、2 h、130 MPa 的热等静压,然后进行 980 ℃、2 h,空冷+700 ℃、2 h,空冷的双重退火处理。试件加工成 $\varphi 3$ mm×15 mm 的标准拉伸试样,采用 Z100 电子万能材料试验机进行拉伸性能测试。金相腐蚀剂采用 Kroll 试剂(HF、HNO₃ 和 H₂O 的体积比为 1:3:100),采用 PM-T3 光学显微镜进行金相观察。采用 CSM-950 扫描电镜进行金相和拉伸断口分析。通过热分析法测得 Ti60 合金的 β 转变点温度为 1 029 ℃。

2 结果与讨论

2.1 缺陷

图 1 为激光直接沉积 Ti60 合金存在的缺陷。从图中可以看出,激光直接沉积 Ti60 合金存在气孔和未熔合缺陷,由图(a)、(b)可知,气孔呈球形或类球形,内壁光滑,在光学显微镜下,气孔中心有亮斑,这是由于气孔凹球面中心聚光的结果。气孔随机分布在沉积层内或者搭接区。由图 1(c)可知,未熔合缺陷形状不规则,内壁粗糙,内部有未熔化的粉末,一般分布在搭接区。由图 1(d)可知,经过热等静压后气孔缺陷消失,未熔合缺陷有压合的趋势,内部还存在未熔化的粉末,未熔合缺陷难以消除。

目前,国内外关于气孔和未熔合缺陷形成机理

的报道比较少, Kobryn P.A., Wu Xinhua 和 Dutta Majumdar 等^[7-9]先后在激光直接沉积件中发现了气孔和未熔合缺陷;张凤英等^[10]对这两种缺陷的形成机理及影响因素进行了研究。激光直接沉积成形过程中,熔池冷却速度较快,气体来不及溢出,留在熔池内部,最终形成气孔。激光直接沉积过程中,工艺参数不匹配导致未熔合缺陷的产生^[4]。其中,搭接率显著影响沉积层的质量,搭接率过小时,沉积层表面较为平整,但是在沉积下一沉积层时容易在道间凹陷区产生未熔合缺陷,如图 1(c)所示;搭接率过大时,沉积层表面倾斜一定角度,沉积下一层时倾斜程度将增大,最终导致沉积过程无法继续进行;搭接率适中时,沉积层表面平整,且不易产生层间缺陷,理想的搭接率为单道熔覆宽度的 30%~40%^[10],其取值随单层熔覆厚度波动。

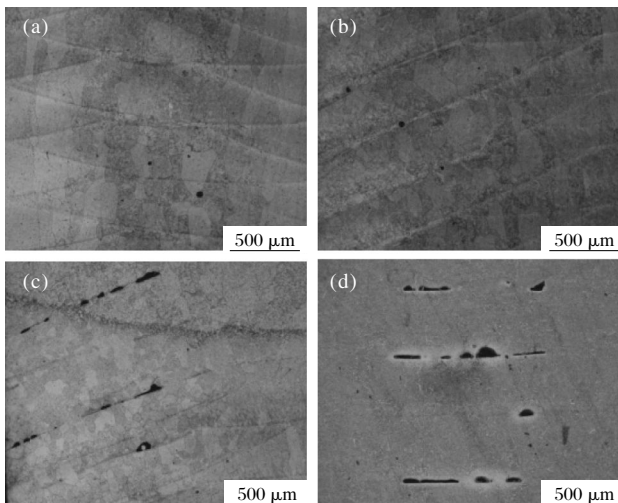


图 1 激光直接沉积 Ti60 合金存在的缺陷

Fig.1 Defects of direct laser deposited Ti60 alloys

热等静压是消除或修复缺陷的一种有效措施,广泛的用于修复铸造缺陷和提高粉末冶金件的致密化程度。热等静压过程中,具有高温高压的气体从各个方向均匀的作用在沉积成形件上,一定时间后,金属发生蠕变,缺陷开始受到破坏,直到缺陷内表面接触在一起,然后由于沉积作用粘连在一起,最终缺陷消失。激光直接沉积成形件的气孔直径比较小,一般在 0.05~0.2 mm 范围内,内部的微量气体在高温下可通过原子点阵溢出表面,金属发生蠕变后,气孔缺陷内表面可以接触在一起,最终气孔缺陷消失,然而未熔合缺陷面积比较大,内部气体较多,而且其周围

致密的金属限制气体的快速溢出,导致缺陷内表面接触受阻,扩散连接不能实现^[11],因而较大尺寸的未熔合缺陷难以愈合。

2.2 组织

2.2.1 沉积态组织特征

图 2 为激光直接沉积 Ti60 合金沉积态组织。图 (a)~(c)分别为三个方向截面的组织,可以看出,试样沿沉积方向出现了层带组织特征,这种层带组织是在沉积后一沉积层时引起前一沉积层顶部熔池热影响区内的 α 板条受热粗化形成的。试样的底部和中部由 β 柱状晶组成,这些柱状晶贯穿多个沉积层沿沉积方向外延生长,并且略向扫描方向倾斜。从图 2(d)可以看出,试样的顶部为等轴晶。试样顶部组织与底部和中部组织不同是因为在沉积过程中经历的热循环不同,导致其熔池凝固条件不同,发生了 CET 转变。从微观角度看(图 2(e)、2(f)),激光直接沉积 Ti60 高温钛合金为典型的魏氏组织^[12-13],原始 β 晶界清晰完整,有连续的晶界 α 镶边,有少量 α 集束沿原始 β 晶界向晶内生长(图 2(e)),原始 β 晶粒内部由大量的取向不同且相互交织在一起的魏氏 α 板条和板条间

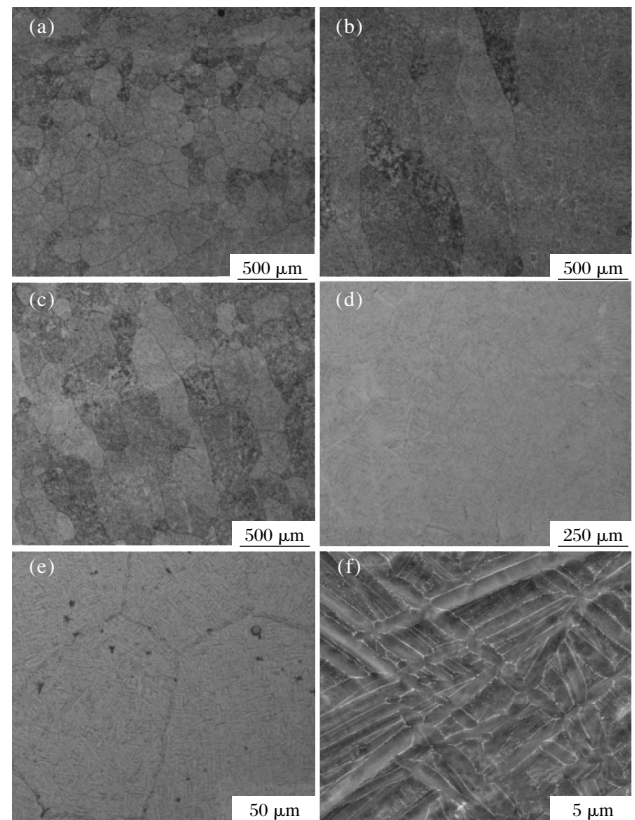


图 2 沉积态试样组织

Fig.2 Microstructure of as-deposited specimens

β 组成(图 2(f))。由凝固偏析理论可知,由于原始 β 晶界处的溶质浓度较高, α 相在冷却过程中首先会在原始 β 晶界处形核析出,形成晶界 α ,进而有部分 α 团束沿着原始 β 晶界向晶内生长,形成魏氏 α 板条。

2.2.2 热等静压—双重退火对组织的影响

图 3 为激光直接沉积 Ti60 合金热等静压—双重退火后组织。对比图 2 和图 3 可以看出,与沉积态组织相比,经热等静压—双重退火后层带组织消失(图 3(a)),原始 β 晶界退化,很难看出连续的晶界(图 3(b)),但是残存的晶界 α 粗化, α 集束消失,显微组织转化为网篮组织^[14](图 3(c)), α 板条明显粗化,长宽比降低(图 3(c)和 3(d))。沉积态试样热等静压后,再经历高温 980 °C 保温,此时处于两相区上部,使晶界 α 进一步溶解,使得晶界不连续。在 700 °C 保温时,从 β 基体中析出的次生 α 相依附于不连续的晶界 α 生长,在原始 β 晶界处出现不连续的粗化的晶界 α 相(如图 3(c)所示)。

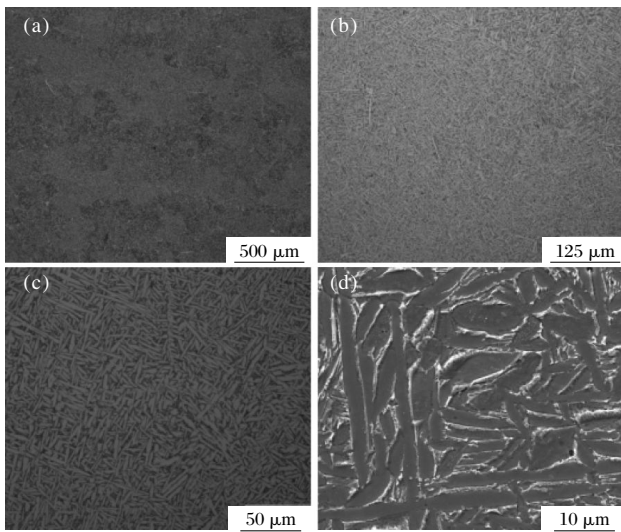


图 3 热等静压—双重退火后组织

Fig.3 Structure of specimens after HIP and double annealing treatment

2.3 拉伸性能

由表 2 可知,与锻件相比,沉积态试样强度较高,塑性较低,经过热等静压—双重退火处理后,强度降低,塑性得到很大提高,超过锻件标准。由图 4(a)、(b)可知,沉积态断口比较平齐,呈暗灰色,无明显缩颈,纤维区比较大,颜色比较深,没有放射区,直接过渡到剪切唇区,断口有较多的解理面和少量的韧窝,由图 4(c)、(d)可知,经过热等静压—双重退

火处理后,剪切唇变宽,断口有大量的深韧窝和少量的解理面,这表明经过热等静压—双重退火处理后激光直接沉积 Ti60 的塑性得到了很大的提高。

表 2 Ti60 合金室温拉伸性能

Tab.2 Tensile properties of Ti60 alloy at the room temperature

State	R_m /MPa	$R_{p0.2}$ /MPa	A /%	Z /%
DLD	1 114	1 041	6.5	8
HIP and double annealing	1 041	947	12	22
As forged ^[14]	1 100	1 030	11	18

组织决定性能,性能的变化与组织演变有很大的关系。Ti60 锻件的显微组织为双态组织,兼顾了等轴组织和片状组织的优点,由等轴 α 和 β 转变组织组成,等轴 α 变形协调能力较好,当等轴 α 含量在 20% 左右时,双态组织具有强度、塑性、韧性和热强性的最佳综合匹配。而沉积态显微组织为魏氏组织,原始 β 晶粒粗大,而且还存在连续的晶界 α ,导致其塑性较低,尤其是断面收缩率远低于其他类型的组织,沉积态试样中存在气孔缺陷(图 4(a))也是导致其塑性较低的原因之一。经过热等静压—双重退火处理后,原始 β 晶界退化,晶界 α 消失,显微组织由魏氏组织变为具有较好塑性的网篮组织,另一方面,经过热等静压,消除了气孔和尺寸较小的未熔合缺陷^[11],导致其塑性有很大的提高。

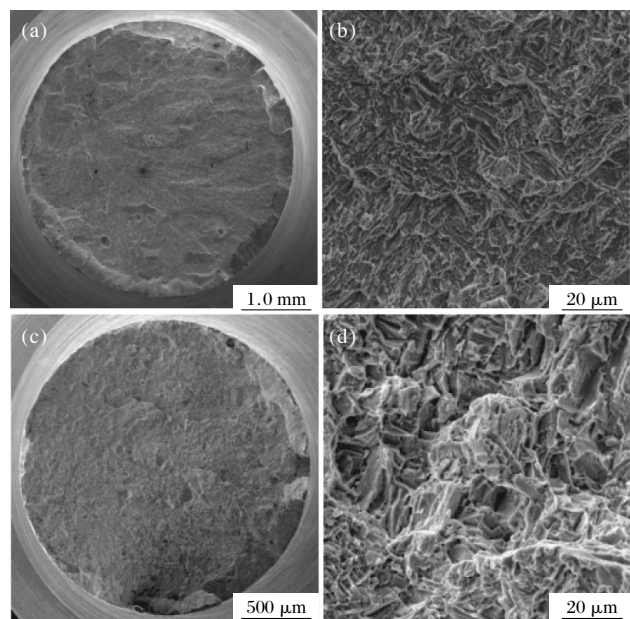


图 4 Ti60 合金室温拉伸断口

Fig.4 Tensile fracture of Ti60 alloy at the room temperature

3 结 论

(1) 激光直接沉积 Ti60 合金存在气孔和未熔合两种缺陷,经过热等静压处理后,气孔缺陷消失,但是大尺寸未熔合缺陷难以消除。

(2) 沉积态试样底部和中部为柱状晶,顶部为等轴晶,显微组织为魏氏组织,由板条 α 和板条间 β 组成,经过热等静压—双重退火处理后,原始 β 晶界消失,晶界 α 消融, α 板条明显粗化,长宽比减小,显微组织变为网篮组织。

(3) 沉积态试样拉伸强度较高,塑性较低,经过热等静压—双重退火处理后,塑性超过锻件标准。

参考文献:

- [1] Zhao Yongqing. Current situation and development trend of titanium alloy [J]. *Materials China*, 2010(5): 1-8. (in Chinese)
- [2] Wei Shouyong, Shi Weimin, Wang Dingchun, et al. Microstructure and mechanical properties of high temperature titanium alloy Ti60 at 600 °C [J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metal*, 2010(S1): 801-806. (in Chinese)
- [3] Chen Jing, Yang Haiou, Yang Jian, et al. Technical study on the laser rapid forming of Rene95 and TC4 titanium alloy [J]. *Journal of Aeronautical Materials*, 2003, 33 (10): 100-103. (in Chinese)
- [4] Huang Weidong, Lin Xin. Research progress in laser solid forming of high performance metallic component [J]. *Materials China*, 2010, 29(6): 12-27. (in Chinese)
- [5] Wang Kun, Meng Mu, Wang Huaming. Effect of heat treatment and laser multi-track overlapping on microstructure of a laser melting deposition TC18 titanium alloy [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2010, 39(3): 521-525. (in Chinese)
- [6] Yuan Hong, Fang Yanli, Wang Huaming. Influence of heat treatment on microstructure and compressive property of laser melting deposited TA15 titanium alloy [J]. *Infrared and Laser Engineering*, 2010, 39(4): 746-750. (in Chinese)
- [7] Kobryn P A, Moore E H, Semiatin S L. The effect of laser power and traverse speed on microstructure, porosity, and build height in laser-deposited Ti-6Al-4V [J]. *Scripta Materialia*, 2000, 43(4): 299-305.
- [8] Wu X, Liang J, Mei J, et al. Microstructures of laser-deposited Ti-6Al-4V [J]. *Materials & Design*, 2004, 25(2): 137-144.
- [9] Majumdar J D, Pinkerton A, Liu Z, et al. Microstructure characterisation and process optimization of laser assisted rapid fabrication of 316L stainless steel [J]. *Applied Surface Science*, 2005, 247(1): 320-327.
- [10] Zhang Fengying, Chen Jing, Tan Hua, et al. The study on defect forming mechanism of titanium alloy during laser rapid forming [J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2007, 36(2): 211-215. (in Chinese)
- [11] Li Huaixue, Gong Shuili, Fei Qunxing. Effect of hot isostatic pressing on microstructure and tensile properties of direct laser deposited BT6 alloys [J]. *Applied Laser*, 2011, 31(1): 45-49. (in Chinese)
- [12] Wang Bin, Zhang Shuquan, Wang Huaming. Rapidly solidified microstructure of Ti60 alloy produced by laser rapid forming process [J]. *Transactions of Materials and Heat Treatment*, 2008, 29(6): 86-92. (in Chinese)
- [13] Sun Jingchao, Zhang Yongzhong, Huang Can, et al. Microstructure and high temperature tensile properties of laser direct deposited Ti60 alloy and TiCP/Ti60 composites [J]. *Chinese Journal of Lasers*, 2011, 38 (3): 103-108. (in Chinese)
- [14] Zhang Fang, Chen Jing, Xue Lei, et al. Microstructure and mechanical properties of laser solid formed Ti60 alloy [J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2010, 39 (3): 452-456. (in Chinese)