

退火温度及保温时间对激光沉积制造 TA15 钛合金 微观组织和显微硬度的影响

杨 光, 王文东, 钦兰云, 任宇航, 李长富, 王 维

(沈阳航空航天大学 航空制造工艺数字化国防重点学科实验室, 辽宁 沈阳 110136)

摘 要: 以 TA15 钛合金球状粉末为原料, TA15 钛合金锻件为基材, 利用激光沉积制造技术成形 TA15 钛合金厚壁件。利用光学显微镜(OM)、扫描电子显微镜(SEM)以及显微硬度仪等方法研究退火温度及保温时间对激光沉积 TA15 钛合金显微组织和显微硬度的影响。结果表明: 退火温度相同时, 随着退火温度的升高, 保温时间越长, α 相就越能充分生长。退火保温时间越长, α 相宽度越大。退火温度及退火保温时间影响 α 相体积百分比含量, α 相百分比含量随退火时间延长而增多。 α 相在不同保温时间下存在不同的生长方向。显微硬度值与 α 相体积百分比含量具有一定关系, α 相体积百分比含量增多时, 显微硬度值变大。

关键词: 激光沉积制造; TA15 钛合金; 保温时间; 退火处理; 显微硬度

中图分类号: TG146.2⁺3 **文献标志码:** A **DOI:** 10.3788/IRLA201746.0806006

Effect of annealing temperature and soaking time on microstructures and microhardness of laser deposition manufacturing TA15 titanium alloy

Yang Guang, Wang Wendong, Qin Lanyun, Ren Yuhang, Li Changfu, Wang Wei

(Key Laboratory of Fundamental Science for National Defence of Aeronautical Digital Manufacturing Process,
Shenyang Aerospace University, Shenyang 110136, China)

Abstract: TA15 titanium alloy bulk specimens were prepared with spherical powder and forging substrates in laser deposition manufacturing. The effects of annealing temperature and soaking time on microstructure characteristics and microhardness were investigated by optical microscope (OM), scanning electron microscopy (SEM) and microhardness instrument. The experimental results show that alpha phase grows fully resulting from annealing temperature increase and longer soaking time at same annealing temperature. The width of the alpha phase becomes larger with the extension of the soaking time. The percentage content of alpha phase grows with annealing time extension. Alpha phase exists different growth direction in different annealing soaking time. There are some certain relationship between microhardness and volume content of alpha phase, microhardness is enhanced with the increases of percentage content of alpha phase.

Key words: laser deposition manufacturing; TA15 titanium alloy; soaking time;
annealing treatment; microhardness

收稿日期: 2016-12-10; 修订日期: 2017-01-20

基金项目: 国家科技重大专项(2013ZX04001-041-04)

作者简介: 杨光(1978-), 男, 副教授, 硕士生导师, 博士, 主要从事激光沉积制造和修复技术等方面的研究。Email: yangguang@sau.edu.cn

0 引言

钛及钛合金作为结构金属,具有比强度高、抗腐蚀性性能优异、良好的低温和高温力学性能等一系列突出的优点,能够进行多种方式的压力加工成形、焊接和机械加工,被广泛地应用于航空航天等领域。TA15 钛合金作为一种新型的近 α 型中强度钛合金,其半成品有薄板、厚板、棒材,有着良好的加工成形性能和优异的可焊接性能^[1-4]。TA15 钛合金的名义成分为 Ti-6Al-2Zr-1Mo-1V,是前苏联航空材料研究所在 Ti811 合金基础上,改造研制成功的通用高铝当量 α 型钛合金,通过 α 稳定性元素 Al 的固溶强化,并加入少量中性元素 Zr 和 β 稳定元素 Mo 和 V,改善了工艺性能^[5-6]。激光沉积制造(Laser Deposition Manufacturing, LDM)技术是一种兴起于 20 世纪 80 年代新型的先进制造技术,该技术能实现高性能复杂结构、致密金属零件的直接近终形快速无模具制造,具有短周期、低成本、高柔性、快速响应等特点,是集计算机、数控、激光和材料加工等技术于一体的高新制造技术,并且这项技术为 TA15 钛合金零件的快速近净成形提供了一条可行途径^[7-8]。美国宾夕法尼亚州立大学、英国伯明翰大学、西北工业大学、北京航空航天大学、北京有色金属研究总院等机构的研究结果表明,激光快速成形钛合金的力学性能达到甚至高于锻件标准^[9-12]。

由于激光沉积制造 TA15 钛合金沉积态存在显微组织的不均匀性,以及存在较大的应力,力学性能表现为各向异性和高强度低塑性等特征,因此,需要通过退火热处理改善激光沉积制造 TA15 钛合金显微组织以获得优异的力学性能。侯艳荣^[13]研究发现,通过调整退火温度及保温时间,可改变合金的显微组织,提高 TA15 钛合金的冲击性能。曹京霞^[14]研究发现,等轴初生 α 相及 β 转变组织的体积分数和 β 转变组织中的次生 α 相的形貌对合金的力学性能有显著影响。李士凯^[15]在研究不同热处理制度对 TA15 钛合金显微组织和性能的影响时发现:两相区热处理时,获得了双态和等轴组织; β 相区热处理,获得了魏氏组织,冷却速率决定了 α 片层和 α 集束的尺寸。沙爱学^[16]等研究指出,晶粒尺寸是决定钛合金塑性的重要因素,单相区保温时间过长会导致 β 晶粒

迅速长大,从而引起塑性下降。张小红^[18]研究了热处理对激光立体成形 TA15 合金组织及力学性能的影响,结果表明:经退火后,显微组织没有明显变化,塑性在强度降低不多的情况下得到了提高,退火态试样具有良好的综合拉伸性能,达到了锻件退火态的拉伸性能标准。

由于激光沉积制造技术与传统成形方法存在很大区别,组织形成不仅受工艺参数影响,同时产生热量累积,导致其成形件的热处理制度也发生改变,同时,不同的保温时间会使组织及性能发生不同的变化。且激光沉积制造技术工艺的特殊性导致了热处理制度的千变万化。因此,研究激光沉积制造 TA15 钛合金热处理温度及保温时间具有重要意义,同时为完善激光沉积制造热处理工艺提供参考。

1 实验

TA15 钛合金激光沉积成形实验通过激光沉积制造系统完成,该系统主要包括:半导体激光器、送粉器(载气式送粉器)、送粉嘴(四路同轴)、质量控制系统(惰性气体保护)、环境控制系统(氧分析仪)和光路及聚焦系统等。实验过程中保护气氛以及载粉气体均采用氩气,并严格控制保护箱内氧气含量。选用粒度分布为 47~165 μm 的 TA15 粉末作为激光沉积材料,为保证激光沉积质量,实验之前对 TA15 粉末进行真空烘干处理。实验基材采用锻造 TA15 钛合金,实验前对基材沉积表面进行打磨,并使用丙酮进行擦洗,保证沉积表面清洁。实验采用的工艺参数具体为:激光功率为 2 200 W,送粉速度为 1 mm/s,扫描间距为 2 mm,采用短边单向往复扫描方式沉积出厚壁件(如图 1 所示),尺寸为 40 mm×30 mm×15 mm。

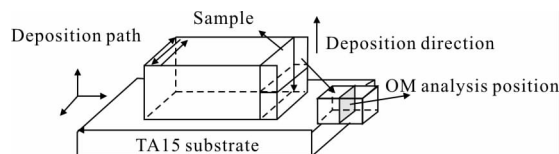


图 1 退火试样取样示意图

Fig.1 Schematic diagram of annealing sampling

将激光沉积 TA15 钛合金厚壁件按图 1 中的取样方法制取退火实验件 8 个,尺寸为 15 mm×8 mm×8 mm,平均分成 2 组,然后进行退火处理,一组退火

工艺温度为 820 °C、840 °C、860 °C 和 880 °C, 在各个温度下保温 1 h, 空冷; 另一组退火工艺温度为 820 °C、840 °C、860 °C 和 880 °C, 在各个温度下保温 2 h, 空冷。退火后观察如图 1 所示的金相观察位置, 试样经镶嵌、预磨和抛光后, 采用 Kroll 腐蚀剂(HF-HNO₃-H₂O 体积比为 1:6:7) 进行腐蚀。采用 GX51 OLYMPUS 光学金相显微镜(OM)和 ZEISS SIGMA 扫描电子显微镜(SEM)对金相试样进行显微组织分析; 利用 HVS-1000A 数显显微硬度计测试试样的显微硬度值, 载荷为 200 g, 保载时间为 10 s; 采用金相组织分析系统软件测定 α 相的长宽比以及体积百分比含量。

2 结果及讨论

2.1 显微组织

沉积态试样 OM 显微组织及 SEM 显微组织如图 2 所示。由于激光沉积中扫描路径、搭接率以及沉

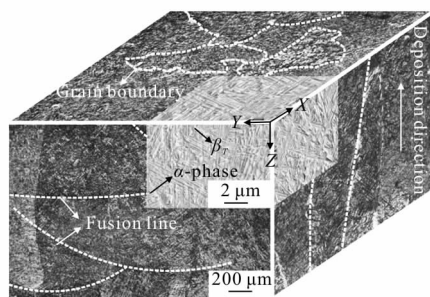


图 2 激光沉积制造 TA15 钛合金沉积态三维显微组织
Fig.2 Three-dimensional micrographs of LDM TA15 titanium alloy

积层厚度的影响, 导致从不同的方向观察成形件的宏观组织会出现差别, 从 YZ 面宏观组织可以观察到重熔区, 以及 β 柱状晶组织, 从 XZ 面和 XY 宏观组织分别可以观察到柱状晶侧面组织以及柱状晶截面组织。沉积态宏观组织为粗大贯穿多个沉积层的 β 柱状晶组织, 由于柱状晶的生长方向与散热方向相反, 且激光沉积为连续的成形过程, 导致柱状晶顶部发生重熔, 柱状晶逆着散热方向发生外延生长, 形成贯穿多个沉积层如图 1XZ 面(OM)所示的粗大 β 柱状晶组织。观察沉积态的 SEM 组织照片可发现, 3 个不同方向上微观组织差别不大, 组织均匀, 为典型的网篮状近 α 钛合金组织。

激光沉积 TA15 钛合金经不同保温时间退火处理后的显微组织如图 3 所示。其中图 3(a)~(d)为退火处理保温 1 h 的显微组织, 图 3(e)~(h)为退火处理

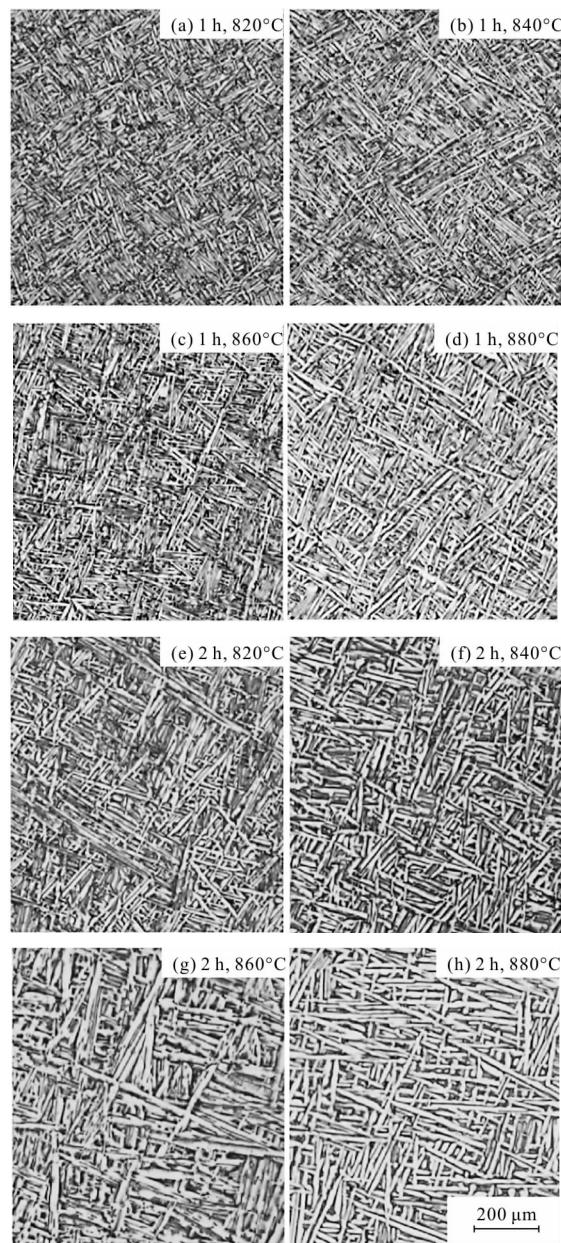


图 3 激光沉积制造 TA15 钛合金退火处理显微组织
Fig.3 Micrographs of LDM TA15 titanium alloy

保温 2 h 的显微组织。退火保温时间为 1 h 时; 随着退火温度升高, α 相的百分比含量逐渐升高 (如图 4 所示), β 转变组织含量明显减少, α 相形貌为细长针状。退火温度为 820 °C 时, 存在 α 团束, α 团束中 α 片层组织长宽比较小, 随着退火温度的升高, α 相形貌的长度方向长大明显, α 团束明显减少, 说明 α

相随着退火温度的升高发生明显长大。退火保温为 2 h 时,当退火温度为 820 °C, α 相形貌细长,长宽比较大,整体上 α 相形貌为细长状。退火温度达到 840 °C 时, α 相形貌尺寸发生了明显变化,长度减小,宽度增大,由原来的细长状逐渐变为近短棒状,这是因为随着退火温度的升高, α 相长大并发生互相截断,导致 α 相的长宽比减小。随着退火温度的升高, α 相继续发生长大, α 相长宽比增大,但是局部仍存在细长 α 片层组织,说明 α 相随着温度升高,生长过程并未停止。当退火温度达到 880 °C 时, α 相生长充分,长宽比较大。对比退火保温 1 h 和保温 2 h 发现:退火保温时间为 1 h 时, α 相形貌为细长针状,且随着退火温度的升高, α 相变得更加细长, α 相的百分比含量随着退火温度的升高而逐渐升高(如图 4 所示)。保温时间为 2 h 时, α 相形貌开始为细长针状,随着退火温度的升高, α 相形貌发生明显变化,总体百分比含量波动不大(如图 4 所示)。综上所述,观察图 3 发现,退火温度相同时,随着退火温度的升高, α 相发生长大趋势明显,保温时间越长, α 相就越能充分生长。

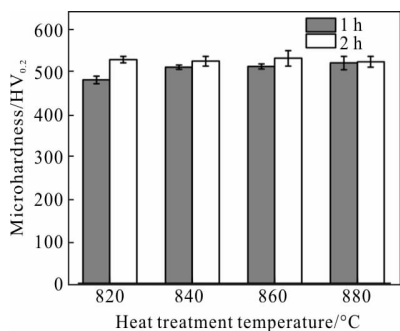


图 4 激光沉积制造 TA15 退火处理后 α 相体积百分比含量
Fig.4 Volume percentage content of α phase of LDM TA15 titanium alloy after annealing treatment

2.2 α 相尺寸分析

α 相长度、宽度以及长宽比随退火温度及保温时间变化如图 5 所示。退火保温时间为 1 h 时, α 相的长度随着退火处理温度的升高而增大(如图 5(a)所示),退火温度为 820 °C 时 α 相比较短,在此温度下退火产生大量 α 片层较小的 α 团束,导致整体平均长度下降。随着退火处理温度的升高, α 相长大,840~880 °C α 相长度较大, α 相宽度随退火温度升高而上升,但变化较小,通过图 6 也可看出,840~880 °C 长宽比明显高于 820 °C,说明 α 相长大主要发生在长度方向。退火保

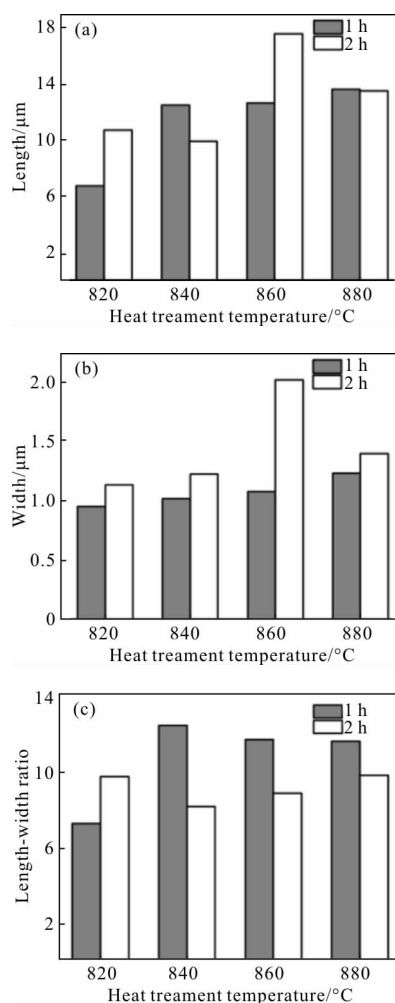


图 5 α 相尺寸随退火温度变化

Fig.5 Size distribution of α phase vs annealing temperature

温时间为 2 h 时, α 相的长度和宽度均随退火温度升高而产生明显变化,长宽比先降低后升高。 α 相的长度和宽度均在 860 °C 时达到最大,这是因为:随着退火温度的升高, α 相由细长状逐渐生长,宽度开始增加,当生长到一定程度时,相邻方向不同的 α 相之间相互接触,在有利生长条件下的 α 相将会对阻碍其生长的 α 相进行冲击并截断,随后被截断的 α 相依然会随着退火温度的升高而逐渐长大,宽度逐渐变大。随着温度的升高,细长状 α 相逐渐消失,最终在温度为 880 °C 时, α 相变为宽度逐渐稳定的网篮组织。对比不同退火保温时间发现,保温时间短, α 相主要生长方向为长度方向;当保温时间长时, α 相生长方向为长度方向和宽度方向。在保温 1 h 条件下,随着退火温度的升高, α 相生长并不充分,形貌均为细长针状,宽度略增加。当保温时间为 2 h 时,

随着退火温度的升高, α 相生长较充分, 并发生相互截断现象, α 相由原来的针状变为网篮组织。

2.3 显微硬度

激光沉积 TA15 钛合金退火处理后的显微硬度值如图 6 所示, 可以看出, 退火保温时间为 1 h 时, 显微硬度随着退火温度升高而逐渐上升, 而退火保温时间为 2 h 的显微硬度值随退火温度升高变化不大, 较为稳定, 且保温 2 h 显微硬度值均高于保温 1 h, 这是因为: 保温时间越长, α 相生长越充分。退火保温 1 h 时, α 相生长不充分, 如图 3 所示, α 相体积百分比含量随着退火温度升高而逐渐增多, 显微硬度值也随之升高。而当保温时间为 2 h 时, α 相充分生长, α 相体积百分比含量随着退火温度升高波动不大(如图 4 所示), 较为稳定, 因此显微硬度值也较为稳定。观察图 3 可发现, 相同退火温度下, 退火保温时间为 2 h 时的 α 相体积百分比含量明显高于退火保温时间为 1 h, 因此, 相同退火温度下, 保温 2 h 显微硬度值均高于保温 1 h。

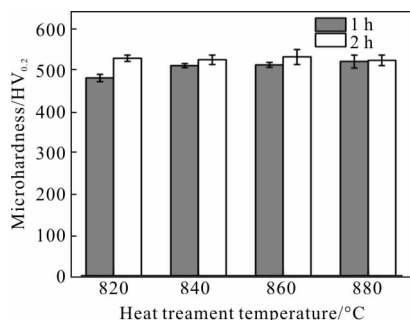


图 6 激光沉积制造 TA15 退火处理后显微硬度值
Fig.6 Microhardness of LDM TA15 titanium alloy after annealing treatment

由上分析并观察图 4 和图 6 可知, 显微硬度值与 α 相体积百分比含量具有一定关系, 显微硬度值随 α 相体积百分比含量的变化而变化。这是因为当 α 相含量较多时, 含有 β 相的 β 转变组织较少, 而 α 相为密排六方结构 (hcp), β 相为体心立方结构 (bcc), 密排六方结构塑性变形能力低于体心立方结构。如图 7 所示, 从晶体结构方面来看, hcp 结构的 α 相存在 1 个 {0001} 滑移面(六方底面), 3 个滑移方向(底面对角线), 因此 α 相滑移系的总数为 $1 \times 3 = 3$ 个, 致密度 $K_{hcp} = 0.74$; 而 bcc 结构的 β 相存在 6 个 {110} 滑移面, 2 个 $\langle 111 \rangle$ 滑移方向, 滑移系的总数

为 12 个, 致密度 $K_{bcc} = 0.68$, 这些原子高度密排的晶面和晶向最有利于塑性变形。从滑移能量方面来说, 塑性变形所需的能量直接取决于最小滑移距离, hcp 结构的最小滑移距离 $b_{min} = 1a_{hcp}$, a_{hcp} 为 hcp 结构的点阵常数; 而 bcc 结构的最小滑移距离为 $b_{min} = 0.87a_{bcc}$, a_{bcc} 为 bcc 结构的点阵常数。所以不难看出, hcp 结构的 α 相的塑性变形能力不如 bcc 结构的 β 相。因此, 无论是从结构方面还是能量方面来看, β 相的塑性能力强于 α 相, α 相含量越多, 也就是 β 相的含量越少, 显微硬度值越大, 从图 4 和图 7 中也可看出, 当 α 相含量增多时, 显微硬度值有所上升, 当 α 相含量降低时, 显微硬度值也出现下降。

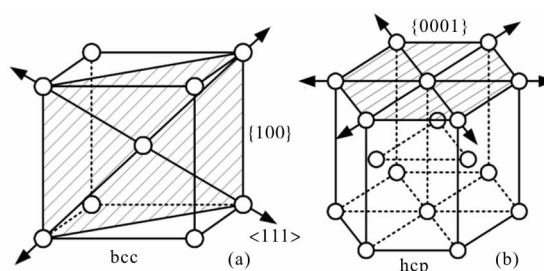


图 7 体心立方晶体结构和密排六方晶体结构的滑移系统
Fig.7 Slip system of body-centered cubic and hexagonal close-packed crystal structure

3 结论

(1) 随着退火温度的升高, α 相发生长大, 保温时间越长, α 相生长就越充分。退火保温时间为 1 h 时, α 相形貌为细长针状, α 相的百分比含量随着退火温度的升高而逐渐升高。保温时间为 2 h 时, α 相形貌随着退火温度的升高发生明显变化, 但总体百分比含量波动不大。

(2) 退火保温时间不同, α 相生长方向不同: 保温时间为 1 h 时, α 相主要生长方向为长度方向; 当保温时间为 2 h 时, α 相生长方向为长度方向和宽度方向。

(3) 显微硬度值与 α 相体积百分比含量具有一定关系, 显微硬度值随 α 相体积百分比含量的变化而变化: 退火保温 1 h 时, α 相体积百分比含量随着退火温度升高而逐渐升高, 显微硬度值升高; 保温时间为 2 h 时, α 相体积百分比含量随着退火温度升高波动不大, 显微硬度值较为稳定。

参考文献:

- [1] Leyens C, Peters M. Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications [M]. Weinheim: Wiley-VCH Verlag GmbH & Co., 2003.
- [2] Donachie M J. Titanium: A Technical Guide [M]. 2nd ed. USA: ASM International, 2000.
- [3] Li Xingwu, Sha Aixue, Zhang Wangfeng, et al. TA15 titanium alloy and its applying prospects on airframe [J]. *Titanium Industry Progress*, 2003, 20(4-5): 90-93. (in Chinese)
李兴无, 沙爱学, 张旺峰, 等. TA15 合金及其在飞机结构中的应用前景[J]. 钛工业进展, 2003, 20(4-5): 90-93.
- [4] Guo Zhijun, Wang Jian, Wang Hongwu, et al. Effects of deformation parameters on microstructures and mechanical properties TA15 alloy plate [J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2010, 20(S1): 40-42. (in Chinese)
郭志军, 王俭, 王红武, 等. 变形参数对 TA15 合金厚板显微组织及力学性能的影响 [J]. 中国有色金属学报, 2010, 20(S1): 40-42.
- [5] Zhang Wangfeng, Wang Yuhui, Li Yan, et al. Phase transformation, microstructures and tensile properties of TA15 titanium alloy [J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2010, 20(S1): 523-527. (in Chinese)
张旺峰, 王玉会, 李艳, 等. TA15 钛合金的相变、组织与拉伸性能[J]. 中国有色金属学报, 2010, 20(S1): 523-527.
- [6] Han Peng, Tang Zhenyun, Yu Wei, et al. Effects of multiple heat treatment on microstructure and properties of TA15 joint by electron beam welding [J]. *Welding & Joining*, 2010(10): 59-61. (in Chinese)
韩鹏, 唐振云, 余伟, 等. 多次热处理对 TA15 钛合金电子束焊接接头组织和性能的影响[J]. 焊接, 2010(10): 59-61.
- [7] Nobuki M, Hashimoto K, Tsujimoto K, et al. Deformation of TiAl in intermetallic compound at elevated temperature [J]. *Jpn Inst Met*, 1986, 50(9): 840-842.
- [8] Zhang Xiaohong, Lin Xin, Chen Jing, et al. Effects of heat treatment on the microstructures and mechanical properties of TA15 titanium alloys by Laser Solid Forming [J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2011, 40(1): 142-147. (in Chinese)
张小红, 林鑫, 陈静, 等. 热处理对激光立体成形 TA15 合金组织及力学性能的影响 [J]. 稀有金属材料与工程, 2011, 40(1): 142-147.
- [9] Wu Xinhua, Liang Jing, Mei Junfa, et al. Microstructures of laser-deposited Ti-6Al-4V [J]. *Materials and Design*, 2004, 25(2): 137-144.
- [10] Chen Jing, Zhang Shuangyin, Xue Lei, et al. Mechanical properties of Ti-6Al-4V alloy by Laser Rapid Forming [J]. *Rare Metal Materials and Engineering*, 2007, 36(3): 475-479. (in Chinese)
陈静, 张霜银, 薛蕾, 等. 激光快速成形 Ti-6Al-4V 合金力学性能[J]. 稀有金属材料与工程, 2007, 36(3): 475-479.
- [11] Wang Huaming, Zhang Lingyun, Li An, et al. Preparation method of titanium alloy with directional columnar and single crystal: Chinese National Invention Patent, ZL 200310113420.2 [P]. 2003-11-10.
王华明, 张凌云, 李安, 等. 定向生长柱晶及单晶钛合金的制备方法: 中国专利, ZL 200310113420.2 [P]. 2003-11-10.
- [12] Gao Shiyu, Zhang Yongzhong, Shi Likai, et al. Mechanical properties of TC4 alloy fabricated by Laser Direct Deposition [J]. *Chinese Journal of Rare Metals*, 2004, 28(1): 29-33. (in Chinese)
高士友, 张永忠, 石力开, 等. 激光快速成型 TC4 钛合金的力学性能[J]. 稀有金属, 2004, 28(1): 29-33.
- [13] Hou Yanrong, Lai Yunjin, Du Yuheng, et al. Effect of heat treatment process on impact property of TA15 alloy [J]. *Material & Heat Treatment*, 2011, 40(2): 182-183. (in Chinese)
侯艳荣, 赖运金, 杜予珩, 等. 热处理对 TA15 钛合金棒材冲击性能的影响[J]. 材料热处理技术, 2011, 40(2): 182-183.
- [14] Cao Jingxia, Fang Bo, Huang Xu, et al. Effects of microstructure on properties of TA15 titanium alloy [J]. *Chinese Journal of Rare Metals*, 2004, 28(2): 362-364. (in Chinese)
曹京霞, 方波, 黄旭, 等. 微观组织对 TA15 钛合金力学性能的影响[J]. 稀有金属, 2004, 28(2): 362-364.
- [15] Li Shikai, Xiong Baiqing, Hui Songxiao. Effect of heat-treatment on microstructure and properties of TA15 alloy [J]. *Transactions of Materials and Heat Treatment*, 2008, 29(6): 82-85. (in Chinese)
李士凯, 熊柏青, 惠松晓. 热处理制度对 TA15 合金组织与性能的影响[J]. 材料热处理学报, 2008, 29(6): 82-85.
- [16] Sha Aixue, Li Xingwu, Zeng Weidong, et al. Study on holding time of β zone heating of titanium alloy [J]. *Journal of Aeronautical Materials*, 2010, 30(4): 82-85. (in Chinese)
沙爱学, 李兴无, 曾卫东, 等. 钛合金 β 区加热保温时间的研究[J]. 航空材料学报, 2010, 30(4): 82-85.