

激光直接沉积 TC17/TC11 双合金的组织及性能

尹续臣^{1,2}, 刘建荣¹, 王清江¹, 王磊¹, 李怀学³

(1. 中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016)
(2. 中国科学技术大学, 辽宁 沈阳 110016)
(3. 中国航空制造技术研究院, 北京 100024)

摘要: 研究了直接连接及梯度连接 2 种激光直接沉积 TC17/TC11 双合金的显微组织及力学性能。结果表明, 2 种连接方式成形的 TC17/TC11 双合金均可分为 TC17 均一成分区、过渡区及 TC11 均一成分区 3 个区域, 沉积态下, 2 种连接方式均一成分区显微组织呈层带状周期分布; 直接连接 TC17/TC11 双合金过渡区极窄, 两侧化学成分、显微组织在交界处发生突变; 梯度连接 TC17/TC11 双合金过渡区厚度较大, 过渡区化学成分呈连续过渡, 显微组织受成分变化和热循环双重影响, 呈介于 TC17 和 TC11 中间态显微组织; 直接连接过渡区显微硬度存在突变, 梯度连接过渡区显微硬度由 TC17 侧逐渐过渡至 TC11 侧; 直接连接和梯度连接样品室温拉伸断裂位置均在 TC11 均一成分区, 强度接近, 延伸率分散度较大。

关键词: 激光沉积; 直接连接; 梯度连接; 显微组织; 拉伸性能

中图法分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)03-1024-07

激光直接沉积 (laser melting deposition, LMD) 是基于粉末增材制造工艺, 在无需成形模具的条件下直接近净成形, 通过激光逐层熔化沉积直接将金属粉末熔化堆积成全致密近终形实体零件^[1, 2]。其工艺具有材料利用率高、加工零件形状和尺寸不受限制、材料适应性高等优点。在钛合金加工制造中得到广泛的应用^[3-5]。近年来, 利用熔融逐层沉积的特点, 实现多组元多材料的复合增材制造技术逐渐成为热点。同时利用计算机辅助设计优点, 实现连接处成分的精确控制, 而且使材料的力学性能也随着结构变化而变化, 这种功能梯度材料已成为激光快速成形研究的重要方向^[6-8]。

TC17 合金为近 β 型双相高强高韧钛合金, TC11 合金为典型双相热强钛合金。TC17 和 TC11 合金的设计用途均为航空发动机用材料, 其设计使用最高温度分别可达 500 和 450 °C, 广泛应用于飞机转子叶片、航空发动机风扇盘、压气机盘等零部件^[9-11]。异成分钛合金有利于针对零件不同部位的力学性能需求, 充分利用不同材料的优势, 规避其缺点, 实现结构效率的整体提升。利用 LMD 制造技术, 可制造双合金或多合金零部件^[12-15]。过去钛合金双合金或多合金结构的主要制造方式为异材焊接, 关于激光沉积工艺的相关报道相对较少。何波等^[16-20]对激光沉积工艺制备的 TA2/TA15 和 TC4/TC11 钛合金双合金显微组织、力学

性能进行了研究, 与异材焊接相比, 激光沉积双合金连接区域的显微组织同时受到沉积工艺和成分波动影响, 显微组织和接头处力学性能波动较大。

本研究采用 LMD 制造技术、直接连接和梯度连接 2 种工艺, 制备 TC17/TC11 双合金。研究了 2 种工艺下双合金不同区域的显微组织、成分分布及显微硬度分布特点, 测试了 2 种工艺制备的双合金沉积态下的室温拉伸性能并对结果进行了分析。讨论了显微组织形成规律及其对拉伸性能的影响。为改善钛合金多合金激光沉积工艺, 提高沉积件力学性能提供实验数据。

1 实验

通过电极惰性气体雾化方法, 制备 TC17 合金和 TC11 合金粉末。筛选粒径在 100~150 μm 范围内的粉末用于激光沉积。合金名义成分 (质量分数, %) 分别为: Ti-5Al-2Sn-2Zr-4Mo-4Cr (TC17), Ti-6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.3Si (TC11)。使用 LMD 制造技术沉积双合金, 采用直接连接和梯度连接 2 种工艺。直接沉积工艺: 在 TC17 沉积样品上直接沉积 TC11; 梯度连接工艺: TC17 沉积样品上, 使用不同比例的 TC17 和 TC11 混合粉末, 混合质量比 (TC17: TC11) 为 75:25, 50:50 和 25:75, 每种成分粉末沉积 3 层, 最后过渡到 100% TC11 粉末继续沉积。

收稿日期: 2019-03-20

作者简介: 尹续臣, 男, 1990 年生, 博士生, 中国科学院金属研究所钛合金研究部, 辽宁 沈阳 110016, 电话: 024-83970949, E-mail: xcyin14s@imr.ac.cn

2种连接工艺样品使用STEMI2000立体显微镜观察低倍结构。使用SSX-550扫描电子显微镜(SEM)进行显微组织和断口形貌观察。使用EPMA-1610电子探针微量分析仪分析化学成分。使用FM700e半自动Vicker测试仪测量维氏硬度, 加载载荷为200 g, 加载时间为15 s。采用SANS-CMT5205万能材料试验机检测室温拉伸性能, 拉伸速率为1 mm/min, 所有力学性能实验均测定3个试样, 取其平均值作为实验结果。

2 结果与分析

2.1 均一分区组织形貌

图1为直接连接和梯度连接样品的低倍组织形貌。每个样品可根据成分差异分成3个区域: 下部TC17均一分区、中间过渡区和上部TC11均一分区。各区域低倍组织均呈层带状分布。直接连接TC17和TC11间存在明显交界。梯度连接TC17和TC11之间存在渐变过渡。

直接连接与梯度连接TC17/TC11双合金均一分区显微组织特征一致。图2和图3分别为梯度连接样品TC17和TC11均一分区组织形貌。如图2a和图3a, 低倍下显微组织以层带为单元循环分布, 层带间与层带内显微组织存在明显差异。TC17均一分区中, 图2b~2d为图2a中A、B、C位置显微组织, 其中A和B位于层带间, C位于层带内。如图2b和图2c, 层带间呈网篮状组织, A位置处 α 相呈细网篮状分布, α 相宽度约0.3 μm 。B位置处网篮组织整体粗化, α 相宽度约0.7 μm , α 片层间可以观察到细小针状 α 相。如图2d, C位置处(层带间)显微组织由短

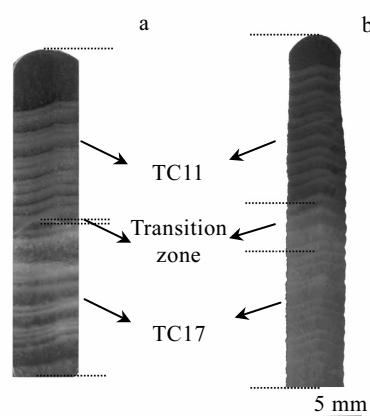


图1 沉积态低倍组织

Fig.1 Macrostructures of the two LMD samples: (a) direct connecting and (b) gradient connecting

棒状初生 α 相和细针状 α 相组成, 短棒状初生 α 相宽度约为0.7 μm , 细针状 α 相尺寸较小, 均匀分布于初生 α 相周围。TC11均一分区中, 图3b~3d为图3a中D、E、F位置显微组织, 其中D和E位于层带间, F位于层带内。相比TC17区, TC11区 α 相整体粗化。如图3b和图3c, 层带间呈网篮状组织, α 片层长度明显高于沉积态TC17合金。D位置处组织排列整齐, α 相宽度约1 μm 。E位置处 α 相宽度增至约2 μm , 长宽比减小。F位置处(层带间)呈2种不同形貌尺寸的 α 相, 较粗初生 α 相两端呈叉状结构, 宽度约为1.5 μm , 细 α 相呈集束状分布, 平均宽度小于0.5 μm 。

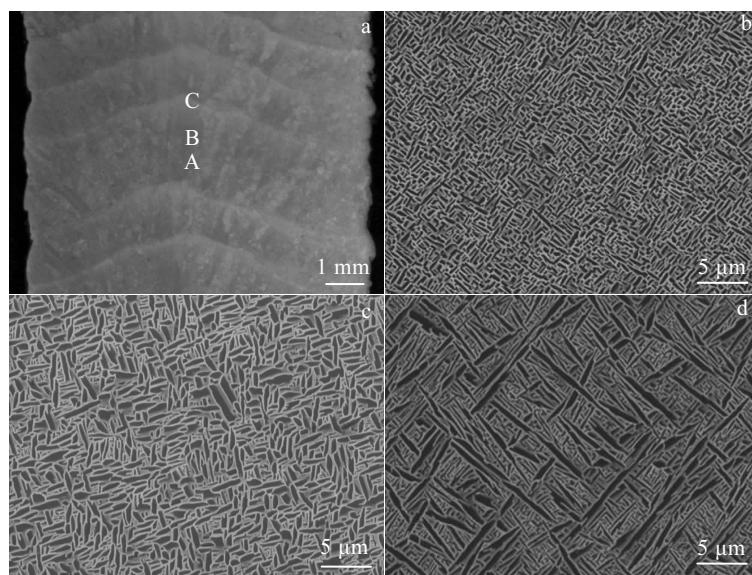


图2 TC17均一分区组织形貌

Fig.2 Microstructures of one cycle in TC17 zone: (a) macrostructure and (b~d) SEM images of position A、B、C in Fig.2a

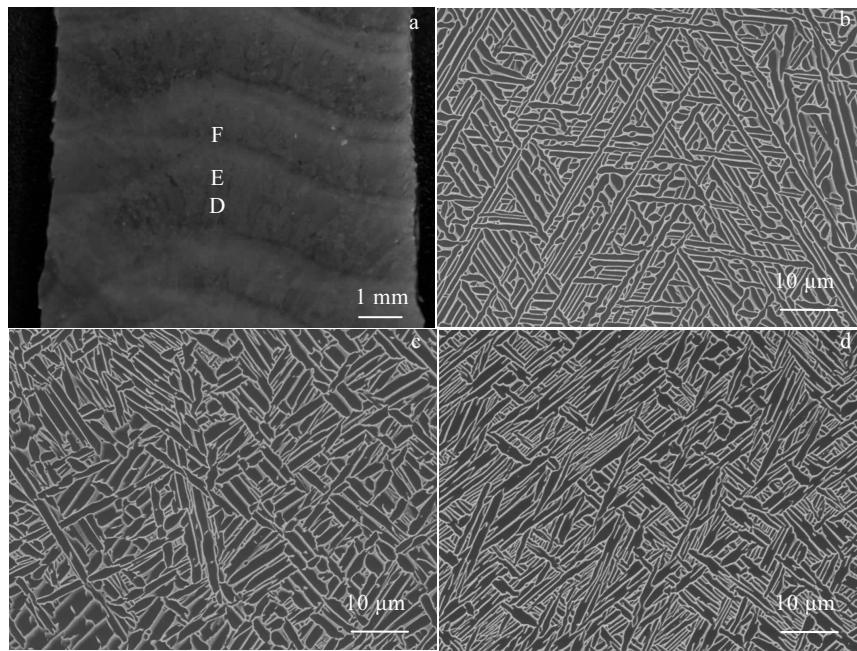


图 3 TC11 均一成分区组织形貌

Fig.3 Microstructures of one cycle in TC11 zone: (a) macrostructure and (b~d) SEM images of position D、E、F in Fig.3a

激光沉积过程中,由于循环沉积工艺引起的热循环作用,TC17 和 TC11 均一成分区显微组织均呈层带周期布特征^[6, 10]。沉积过程中,熔融态金属瞬间冷却,TC17 和 TC11 发生 β 相 \rightarrow 亚稳 β 相及 β 相 $\rightarrow\alpha'$ 相或 α'' 相马氏体相变^[9, 10],由于亚稳 β 相及马氏体均为亚稳态组织,后续新沉积层产生的温度场会对沉积基体产生热循环作用,亚稳态组织逐渐转变为稳定的 $\alpha+\beta$ 两相组织。对原有沉积基体不同位置,由于热循环历史不同,不同部位相变程度不同,显微组织存在不一致性。最终得到图 2 和图 3 中的显微组织变化。

2.2 过渡区组织形貌

图 4 为直接连接样品交界处组织形貌。如图 4a, TC17 与 TC11 两侧衬度存在明显差异,交界处组织明显,

存在极窄过渡区,厚度约为 0.3 mm。图 4b 为直接连接过渡区处显微组织,与 TC17 和 TC11 区显微组织差异较大, α 相呈尺寸差异较大的 2 种形貌,大尺寸初生 α 片层,长度约 10 μm,宽度约 1 μm,尺寸接近 TC11 区,小尺寸 α 相呈细状网篮分布,尺寸接近 TC17 区。图 5 为梯度连接样品过渡区处组织形貌,过渡区厚度较大,包含 3 个相邻层带。由近 TC17 侧至近 TC11 侧,选取层带间典型位置 A、B、C,对应显微组织如图 5b~5d 所示,如图 5b, A 位置靠近 TC17 侧,存在大量细小针状 α 相, α 相厚度约 0.5 μm。如图 5c, B 位置位于过渡区心部, α 相含量升高,长度增加, α 相呈细条状,有交割分布特征。如图 5d, C 位置靠近 TC11 侧, α 相含量继续升高, α 相长度宽度均明显增加,宽度增至约 1 μm,

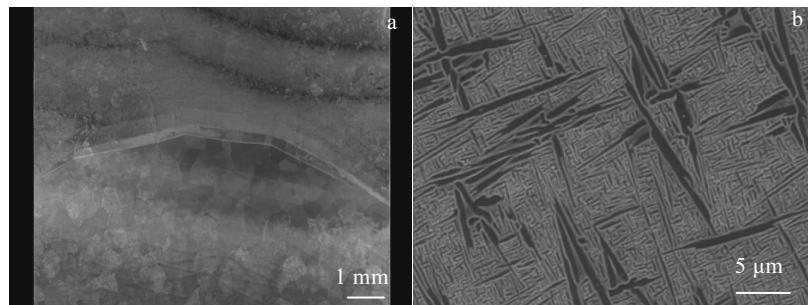


图 4 直接连接样品交界处组织形貌

Fig.4 Macrostructure (a) and SEM image (b) of transition zone in direct connecting sample

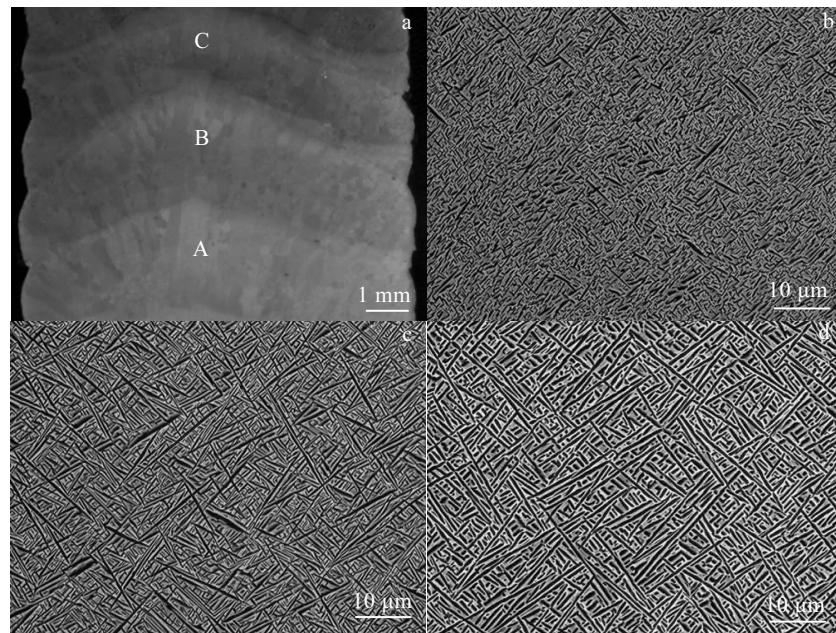


图 5 梯度连接样品过渡区组织形貌

Fig.5 Microstructures of transition zone in gradient connecting sample: (a) macrostructure and (b~d) SEM images of position A、B、C, respectively

呈网篮状分布。由 TC17 侧至 TC11 侧, 梯度连接样品过渡区内 α 相含量逐渐升高, α 相尺寸逐渐增大。

图 6 中为元素 Cr 和 Sn 在直接连接和梯度连接过渡区域的 EMPA 成分面分布。直接连接时, 交界处存在很窄成分过渡区, 厚度约 300 μm 。梯度连接时, 成分过渡区厚度约 5 mm, 与组织观察一致。2 种连接方式过渡区成分介于两合金之间。图 7 为过渡区成分分布定量结果。如图 7a, 直接连接时, 过渡区处成分约为两合金成分平均值。梯度连接时, 过渡区成分未出现台阶状分布, 各元素含量由 TC17 侧成分逐渐过渡至 TC11 侧成分。

在沉积过程中, 当 TC17 与 TC11 直接连接时, 由

于元素互扩散作用, 在交界处存在很窄成分过渡区, 但由于扩散不充分, 过渡区厚度极窄, 由 TC17 向 TC11 转变时, 显微组织与成分均呈突变特征^[15-17]。当 TC17 与 TC11 梯度连接时, 成分过渡区厚度较大, 包含多层循环层带, 其成分在过渡期呈渐变分布, 由 TC17 向 TC11 转变时, 过渡区域显微组织同时成分变化和热循环的双重影响, 存在多种中间态显微组织。

2.3 直接连接及梯度连接样品过渡区显微硬度

图 8 为直接连接和梯度连接样品过渡区显微硬度分布, 沉积态下, TC17 区平均显微硬度(HV)约为 3800 MPa, TC11 区平均显微硬度约为 3400 MPa。如图 8a, 直接连接样品由 TC17 过渡至 TC11 时, 两侧显微硬度

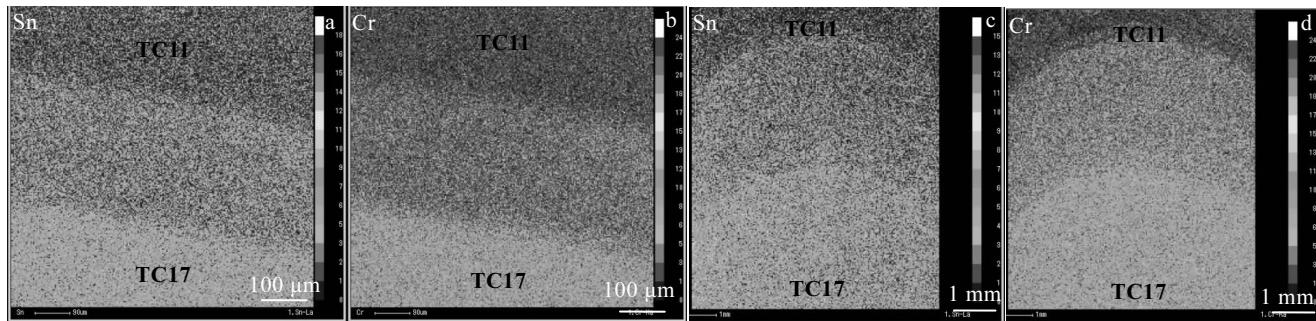


图 6 过渡区 EMPA 成分面分布

Fig.6 EMPA mapping of transition zone: (a, b) direct connecting sample; (c, d) gradient connecting sample; (a, c) Sn; (b, d) Cr

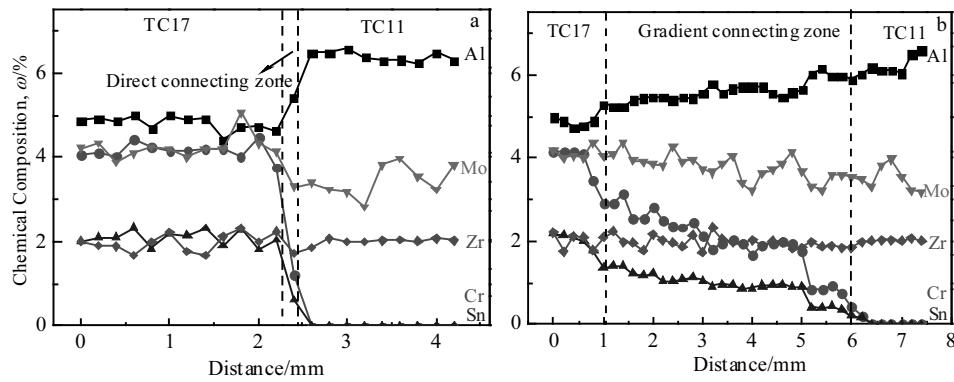


图 7 过渡区样品的化学成分

Fig.7 Chemical composition of transition zone samples measured by EPMA: (a) direct connecting and (b) gradient connecting

值突变, 过渡区处显微硬度(HV)约 3600 MPa。如图 8b, 梯度连接样品过渡区未出现台阶状显微硬度分布, 由 TC17 侧向 TC11 侧过渡时, 其显微硬度(HV)值由 3750 MPa 逐渐降低至 3500 MPa。显微硬度与显微组织变化规律一致, 由 TC17 侧至 TC11 侧, α 相含量逐渐升高, 尺寸逐渐增大, α 相对基体强化效果减弱, 其显微硬度减小。同时, TC17 均一成分区、过渡区和 TC11 均一成分区存在循环层带组织, 各区域内其显微硬度值并非简单的线性变化, 而存在波动。

2.4 直接连接及梯度连接样品拉伸性能

图 9 为直接连接与梯度连接样品的室温拉伸性能。2 种连接方式拉伸样品均断于 TC11 区。直接连接时平均抗拉强度 1024 MPa, 延伸率 9%, 梯度连接时平均抗拉强度 1012 MPa, 延伸率 8%。2 种连接方式拉伸变形时平均强度与塑性近似, 但两者延伸率分散程度较大, 直接连接时, 延伸率在 6.5%~11.5% 波动, 梯度连接时, 延伸率在 5%~11% 波动。

图 10 为直接连接与梯度连接样品拉伸断口。2 种连接方式拉伸样品均未见明显颈缩。直接连接样品拉伸断口呈脆性准解理特征, 有沿晶断裂的迹象, 局部区域发现有二次裂纹存在。梯度连接拉伸断口呈解理断裂特征, 表现为穿晶断裂, 断口由多个平坦的平面组成。由此可见, 不同断口特征差异较大, 失效方式存在差异。

直接连接与梯度连接样品室温拉伸变形时均断于 TC11 区。沉积态各区域均为 $\alpha+\beta$ 双相组织, α 相含量和尺寸显著影响合金性能^[18]。TC11 区 α 片层数量较少, 尺寸更为粗大, α/β 界面相对 TC17 区和过

渡区明显减少, 滑移阻力大大减小。沉积态 TC11 区强度低于 TC17 区和过渡区, 拉伸变形时表现为优先失效。2 种连接方式室温拉伸延伸率分散度较大。过渡区并未表现出更好的协调变形能力, 分析原因为组织不均匀性造成的。如图 2~图 5 所示, 沉积态

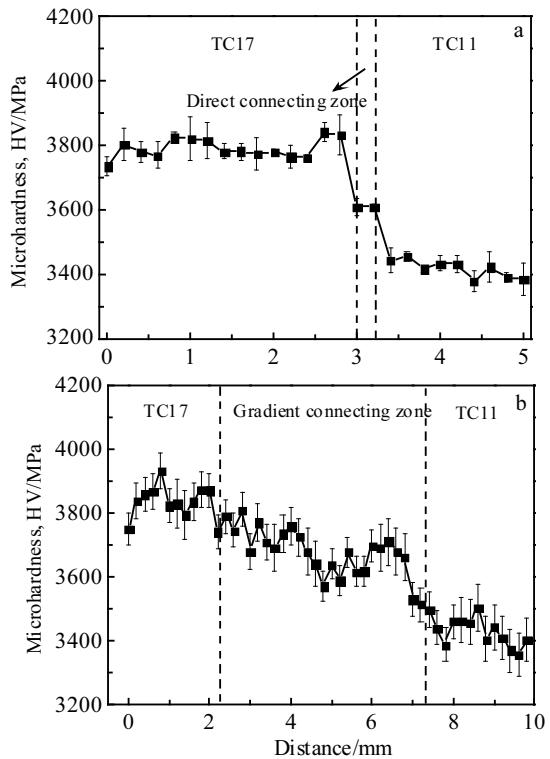


图 8 过渡区样品的显微硬度

Fig.8 Microhardness of transition zone samples: (a) direct connecting and (b) gradient connecting

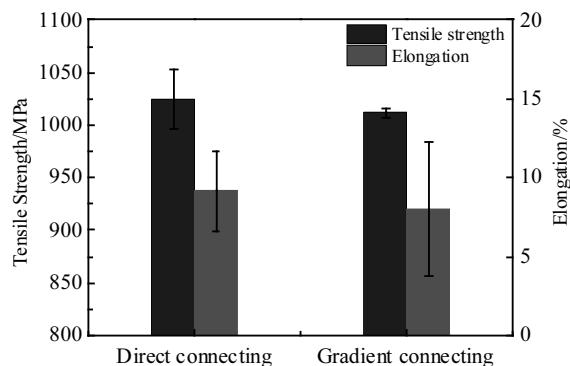


图9 直接连接和梯度连接样品拉伸性能

Fig.9 Tensile properties of direct connecting and gradient connecting samples

TC17/TC11 双合金各区域内显微组织均呈现较大差异。如图 2c 和 3c, 该位置相较于相邻位置, 其 α 相尺寸更大, α/β 界面密度更低, 滑移更易传递, 表现更高的塑性。拉伸变形时, 强度低塑性高 TC11 区优先变形, 相邻塑性区域协调变形。若相邻塑性区组织差异较小, 滑移变形顺利传递, 延伸率较高。若组织差异较大, 滑移传递受阻, 易形成集中变形而优先失效, 表现为延伸率较低^[19, 20]。沉积态 2 种连接工艺下, 各区域显微组织, 各组织所占比例差异均较大, 塑性变形时各区域变形不均匀, 最终延伸率在 5%~11.5% 较大范围波动。

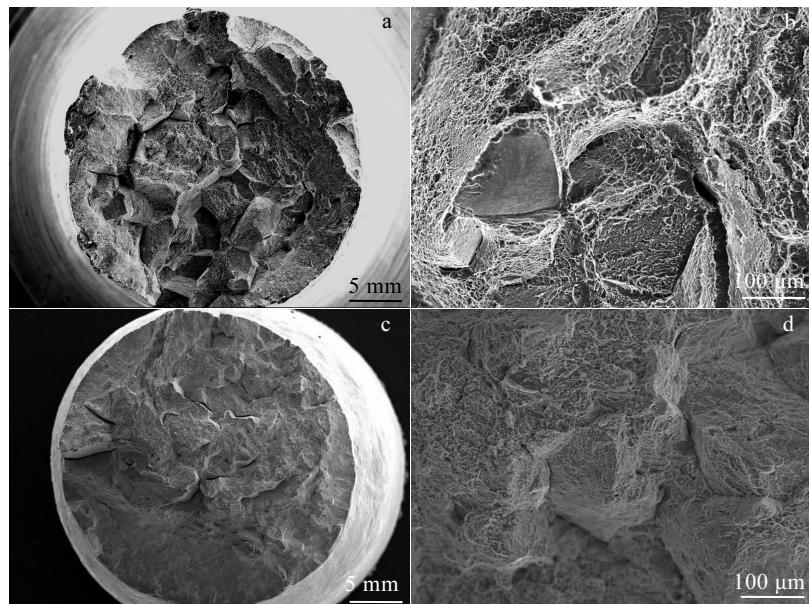


图10 直接连接样品与梯度连接样品沉积态室温拉伸断口形貌

Fig.10 Tensile fracture surface morphologies of samples at room temperature: (a, b) direct connecting and (c, d) gradient connecting

3 结 论

1) 直接连接和梯度连接激光直接沉积 TC17/TC11 双合金可分为 TC17 均一成分区、过渡区和 TC11 均一成分区。TC17 和 TC11 均一成分区的显微组织均呈层带周期分布。

2) 直接连接时, TC17/TC11 双合金在交界处存在很窄的过渡区, 两侧化学成分及显微组织在交界处突变; 梯度连接时, 过渡区厚度较大, 过渡区内化学成分呈连续过渡, 显微组织呈区别于 TC17 及 TC11 中间态组织。

3) 直接连接时, 交界处显微硬度存在突变; 梯度连接时, 过渡区显微硬度由 TC17 侧逐渐过渡至 TC11 侧。

4) 2 种连接工艺制备 TC17/TC11 双合金室温拉伸时均失效于 TC11 一侧, 强度相当, 延伸率波动较大。

参考文献 References

- [1] Al-Bermani S S, Blackmore M L, Zhang W et al. *Metallurgical and Materials Transactions A-Physical Metallurgy and Materials Science*[J], 2010, 41A(13): 3422
- [2] Ren H S, Liu D, Tang H B et al. *Materials Science and Engineering*[J], 2014, 611: 62
- [3] Wang T, Zhu Y Y, Zhang S Q et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 632: 505
- [4] Suo Hongbo(锁红波), Chen Zheyuan(陈哲源), Liu Jianrong(刘建荣) et al. *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2014, 43(4): 780

- [5] Ren D C, Li S J, Wang H et al. *Journal of Materials Science & Technology*[J], 2019, 35(2): 285
- [6] Ren Yongming(任永明), Lin Xin(林 鑫), Huang Weidong(黄卫东). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(10): 3160
- [7] Ge Wenjun(葛文君), Guo Chao(郭 超), Lin Feng(林 峰). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2015, 44(12): 3215
- [8] He Bo(何 波), Liu Jie(刘 杰), Yang Guang(杨 光) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(3): 910
- [9] Sun Xiaomin(孙晓敏), Liu Dong(刘 栋), Tang Haibo(汤海波) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程) [J], 2013, 42(4): 724
- [10] Zhu Y Y, Li J, Tian X J et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 607: 427
- [11] Liu Jie(刘 杰). *Study on Laser Deposited TC4/TC11 Gradient Structure Process*(激光沉积 TC4/TC11 梯度结构工艺研究)[D]. Shenyang: Shenyang Aerospace University, 2018
- [12] Suo Hongbo(锁红波). *Microstructure and Mechanical Properties of Ti6Al4V Produced by Electron Beam Rapid Manufacturing*(电子束快速成形 TC4 钛合金显微组织及力学性能研究)[D]. Wuhan: Huazhong University of Science & Technology, 2014
- [13] Tan X P, Kok Y H, Tan Y J et al. *Acta Materialia*[J], 2015, 97: 1
- [14] Thijss L, Verhaeghe F, Craeghs T et al. *Acta Materialia*[J], 2010, 58(9): 3303
- [15] Kobryn P A, Semiatin S L. *Journal of the Minerals Metals & Materials Society*[J], 2001, 53(9): 40
- [16] Qian T T, Liu D, Tian X J et al. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2014, 24(9): 2729
- [17] He Bo(何 波), Liu Jie(刘 杰), Yang Guang(杨 光) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(1): 293
- [18] Zhou Y G, Zeng W D, Yu H Q. *Materials Science and Engineering A*[J], 2005, 393(1-2): 204
- [19] Huang Yu(黄 瑜), Chen Jing(陈 静), Zhang Fengying(张凤英) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2009, 38(12): 2146
- [20] He Bo(何 波), Xing Meng(邢 盟), Sun Changqin(孙长青) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程) [J], 2019, 48(6): 1929

Microstructure and Tensile Properties of TC17/TC11 Dual Alloy Fabricated with Laser Melting Deposition Method

Yin Xuchen^{1,2}, Liu Jianrong¹, Wang Qingjiang¹, Wang Lei¹, Li Huaixue³

(1. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

(2. University of Science and Technology of China, Shenyang 110016, China)

(3. AVIC Manufacturing Technology Institute, Beijing 100024, China)

Abstract: The microstructure and tensile properties of TC17/TC11 dual alloy fabricated with direct laser melting deposition method by two connecting processes (direct connection and gradient connection) were investigated. The results show that the TC17/TC11 dual alloy can be divided into three parts: uniform TC17 zone, transition zone and uniform TC11 zone. The as-deposited microstructure of uniform TC17 and TC11 zones shows cyclic layer-like characteristics. For direct connection process, there exists an extremely narrow transition zone between TC17 and TC11 zones. Sharp changes both in chemical composition and microstructure are found between uniform TC17 and TC11 zones. For gradient connection process, the transition zone encompasses a wider region in which continuous changes of chemical composition and microhardness are found. The intermediate microstructure which is different from that of TC17 and TC11 emerges in the gradient transition zone. Room temperature tensile tests show that all as-deposited dual alloy samples regardless of connecting process are fractured in the TC11 zone, with approximate tensile strengths and dispersed elongations.

Key words: laser melting deposition; direct connection; gradient connection; microstructure; tensile property

Corresponding author: Yin Xuchen, Candidate for Ph. D., Titanium Alloys Division, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, P. R. China, Tel: 0086-24-83970949, E-mail: xcyin14s@imr.ac.cn