

TC4-DT 激光熔丝增材制造微观组织与力学性能研究

张大越, 刘旭明, 张 建, 李彬周, 赵 阳, 王军生

(鞍钢集团北京研究院有限公司, 北京 102200)

摘 要:激光熔丝增材制造技术在航空航天、海工船舶等领域应用前景广阔。针对 TC4-DT 材料, 在初步优化的工艺参数下, 通过激光熔丝增材制造技术制备金属试样, 并对试样进行固溶-强化热处理, 研究激光熔丝沉积态及热处理态的微观组织、缺陷及室温拉伸力学性能。研究发现, 激光熔丝 TC4-DT 成形态组织为粗大的柱状晶及针状 α' 马氏体, 热处理后转变为等轴晶与柱状晶的双相组织, 马氏体分解为针状 $\alpha+\beta$ 双相组织, 固溶-强化热处理后拉伸力学性能与锻件水平相当。

关键词: TC4-DT; 激光熔丝增材制造; α' 马氏体; 固溶强化热处理

中图分类号: TF823, TG115 文献标志码: A 文章编号: 1004-7638(2021)06-0097-05

DOI: 10.7513/j.issn.1004-7638.2021.06.013

开放科学 (资源服务) 标识码 (OSID):



听语音
与作者互动
聊科研

Microstructure and mechanical properties of TC4-DT produced by laser wire-feed additive manufacturing

Zhang Dayue, Liu Xuming, Zhang Jian, Li Binzhou, Zhao Yang, Wang Junsheng

(Ansteel Beijing Research Institute, Beijing 102200, China)

Abstract: Laser wire-feed metal additive manufacturing technology has a wide application prospect in aerospace, marine engineering and shipbuilding. In this paper, TC4-DT samples were prepared by the laser wire-feed additive manufacturing technology combined with solution strengthening heat treatment method, based on the initial optimized process parameters. The microstructure, defects and room temperature tensile mechanical properties of the samples at as-deposited state and heat-treated state were respectively studied. It is found that the morphology of as-deposited TC4-DT is composed of columnar grains and acicular α' martensite. After solution strengthening heat treatment, equiaxed and columnar dual phase structure is formed, and α' martensite is decomposed into acicular structure of $\alpha+\beta$. The tensile mechanical properties after heat treatment are equivalent to those of forgings.

Key words: TC4-DT, laser wire-feed additive manufacturing, α' martensite, solution strengthening heat treatment

0 引言

TC4-DT 合金是在 TC4 ELI 合金上进一步发展

并与之性能相当的中等强度 $\alpha+\beta$ 型两相钛合金, 可在 400 °C 长时间工作^[1]。与其他中等强度钛合金相比, 在保证强度和塑性水平同等的情况下, 具有高断

收稿日期: 2021-05-04

基金项目: 国家重点研发计划资助项目(2017YFB1103703)。

作者简介: 张大越(1987—), 女, 黑龙江哈尔滨人, 博士, 高级工程师, 主要研究增材制造、材料微观组织表征与计算, 电话: 010-56352795, E-mail: zhangdayue@ansteel.com.cn。

裂韧度、高损伤容限、长疲劳寿命和高可焊性等综合匹配性能,是制造新型飞机大型整体框、梁、接头等关键承力构件不可缺少的关键材料^[2]。

但 TC4-DT 合金锻造过程中存在锻造温度区间窄、锻造温度高、强度高、组织性能对工艺参数、生产环境敏感,成型难度高等工艺特性,采用传统工艺生产大中型航空钛合金结构件具有生产周期长、成本高、复杂构件成形难等特点,导致设备易损耗大,产品成形合格率低^[3]。

增材制造 (Additive Manufacturing, AM), 即 3D 打印技术,是一种新型的成形方法,可以大幅度提高材料的利用率,无需昂贵模具的制造,降低成本,缩短制造研发周期,并且可制造传统工艺无法实现的复杂结构零件^[4]。通过结构拓扑优化,实现飞机零件的减重。

熔丝增材制造技术在成形大型结构件方面具有材料利用率和沉积效率高、生产成本低、设备通用性强等优势,目前主要包括激光、电子束、电弧等热源形式。电弧送丝成型效率高、成本低,但存在成

形精度低、结构相对简单、组织不均匀性大等缺陷^[5]。电子束熔丝在真空环境下打印,成形质量好,但生产成本高。激光熔丝增材制造激光能量集中、温度梯度大、成形组织易于控制、变形小、尺寸精度高,有望替代激光送粉熔覆进行零件的直接成形及修复^[6]。目前,对激光熔丝成形 TC4-DT 材料的研究较少。因此,笔者主要研究激光熔丝增材制造 TC4-DT 的微观组织、缺陷与力学性能表征,为激光熔丝增材制造在钛合金零件打印及修复中的应用提供参考。

1 TC4-DT 材料设计及试验方法

1.1 TC4-DT 丝材设计

本试验采用 $\varnothing 1.2$ mm 的 TC4-DT 丝材为原材料进行激光熔丝增材制造试验,具体成分如表 1 所示,为避免激光沉积过程中 Al、V 元素烧损,因此要提高 TC4-DT 化学成分中 Al、V 的含量。同时,为提高激光增材制造的塑韧性,降低铁元素及 O、N、H 有害元素的含量。TC4-DT 丝材在攀钢成都先进金属材料产业技术研究院有限公司钛丝中试基地制备。

表 1 TC4-DT 丝材化学成分
Table 1 The chemical composition of TC4-DT wire

C	V	Al	Fe	Ti	H	N	O
0.013	4.03	6.33	0.049	90.14	0.005 5	0.006	0.034

1.2 激光熔丝增材制造试验

采用激光旁轴送丝系统进行激光熔丝增材制造 TC4-DT 研究,如图 1 所示。激光器为 IPG YLR-4 000 光纤激光器,送丝系统由自制的送丝机、送丝管、送丝头及控制系统组成,为了避免合金打印出现氧化夹杂,整个沉积过程在全氩气保护条件下进行。经过增材制造工艺参数优化,减少块体试样内部的未熔合缺陷,采用表 2 所示的参数,开展同方向逐道及逐层打印块体试验。丝材为侧向送丝,送丝角度为 30° ,光丝距为 0,道与道之间的搭接率为 50%,基材为 $200\text{ mm} \times 200\text{ mm} \times 20\text{ mm}$ TC4 材料。通过激光熔丝增材制造,制备了长、宽、高分别为 110 mm 、 30 mm 、 15 mm 的 TC4-DT 合金块体 2 块,如图 2 所示。打印的 TC4-DT 合金块体表面光亮,

无氧化,上表面较光滑,粗糙度小,侧面呈现层状结构,较粗糙。

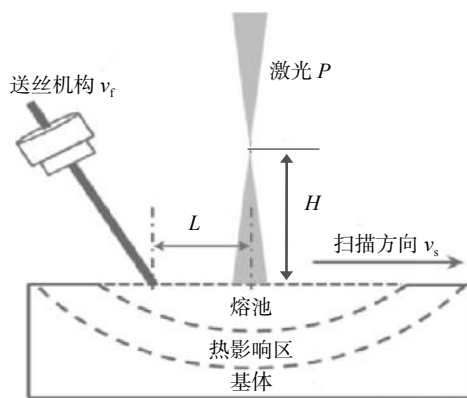


图 1 激光旁轴熔丝增材制造示意
Fig. 1 Schematic diagram of laser fusing additive manufacturing fed by wire from side direction

表 2 激光熔丝试验工艺参数
Table 2 Processing parameters of laser wire-feed additive manufacturing

扫描速度 $v_s/(\text{mm} \cdot \text{s}^{-1})$	送丝速度 $v_f/(\text{mm} \cdot \text{s}^{-1})$	功率 P/kW	离焦量 H/mm	光丝距 L/mm	送丝角 $\alpha/^\circ$	搭接率/%
10	20	3.0	50	0	30	50

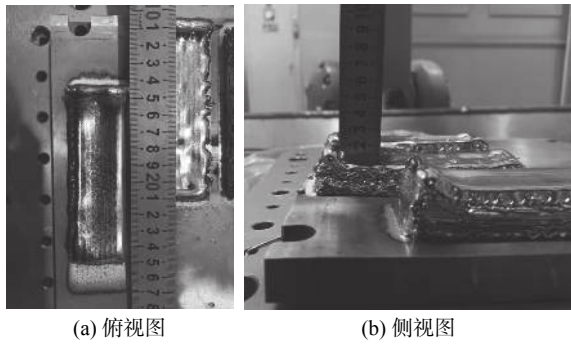


图2 激光熔丝增材制造块体试样实物

Fig. 2 Diagram of blocks by laser fusing additive manufacturing

1.3 增材制造试样热处理试验

将在表2参数下激光熔丝增材制造制备的2块钛合金块体试样分别编号1和2。为了提高试样的抗拉强度及塑性,将2号TC4-DT试样块进行固溶+时效热处理。TC4的 β 转变温度约为 $990\text{ }^{\circ}\text{C}$ ^[7-8],在TC4-DT合金的 $\alpha+\beta$ 两相区,选择固溶温度为 $950\text{ }^{\circ}\text{C}$,保温1 h后水冷,时效温度为 $520\text{ }^{\circ}\text{C}$,保温2 h后空冷。

1.4 组织、力学性能试验方法

分别从1号沉积态、2号热处理态试样取样,制备金相试样,打磨抛光后,进行腐蚀处理,腐蚀液的配比为 $\text{HF}:\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}=2:4:94$ 。利用金相显微镜(OM)、扫描电子显微镜(SEM)对沉积态、热处理态钛合金试样进行微观组织观察。金相组织采用ZEISS 40MAT型号的光镜观察,扫描电镜的设备型号为GeminSEM 300。将1号沉积态钛合金块与热处理后的2号钛合金块分别加工成尺寸如图3所示的二组圆棒状标准拉伸试样,然后在WE-300型万能测试仪拉伸试验机上对试样进行拉伸试验,取平均值作为最终的性能数据。

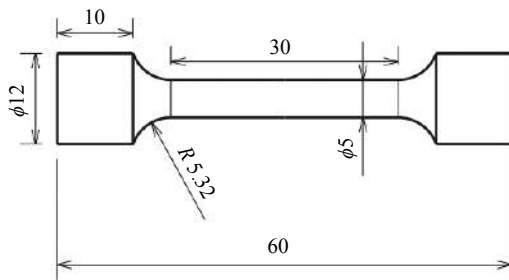


图3 TC4-DT 钛合金激光熔丝沉积块体材料拉伸试棒示意
Fig. 3 Schematic diagram of tensile test bar for TC4-DT block samples deposited by laser fusing additive manufacturing

2 结果和讨论

2.1 显微组织分析

沉积态激光熔丝增材制造TC4-DT的组织包含粗大且尺寸不均一的柱状 β 晶粒、少量等轴晶并带有逐层沉积的层状条带结构,如图4所示。柱状晶宽度最大可达毫米级,宽度范围是 $200\sim 1400\text{ }\mu\text{m}$,等轴晶的直径范围是 $400\sim 1200\text{ }\mu\text{m}$,层状条带的高度范围是 $300\sim 600\text{ }\mu\text{m}$ 。

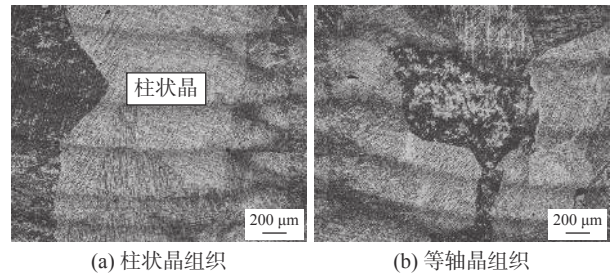


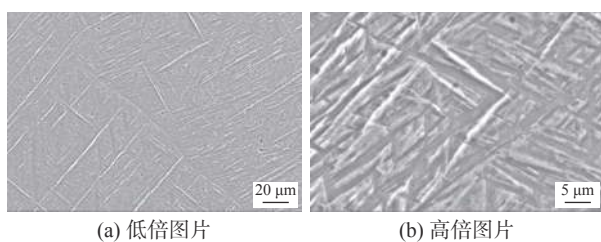
图4 激光熔丝沉积态微观形貌光镜图片

Fig. 4 Microscopic morphology of the as-deposited laser fusing additive manufacturing sample

柱状晶方向趋向于成型方向,柱状晶长度高于沉积层的高度,晶粒通过重熔再次凝固时形核向前一层上表面方向外延生长^[9]。此现象主要由增材过程中的热历史导致,理论上晶粒在凝固前端是沿最大温度梯度的反方向生长,最初沿基板向下的传导传热比向周围空气的对流传热快,总体热传输方向是沿沉积方向的,形成柱状晶组织。当后一层沉积叠加时,前一层随之熔化的金属成为形核质点,沿热梯度反方向外延生长,此生长机制可在多层沉积过程中持续。层状条带是由于沉积新一层丝材时将前一层结构重新熔化,导致热影响区组织粗化形成的^[10]。

SEM形貌如图5所示,可观测到原始的 β 晶界,晶粒内部为非常细小的交错的针状组织,宽度小于 $3\text{ }\mu\text{m}$ 。因为激光提供高集中能量源以及极其短的接触时间,熔融池里产生高温及高冷却速度。据报道,激光送粉技术制造TC4材料可产生 $10^4\sim 10^6\text{ K/s}$ 的冷却速率^[11-12]。根据T. Ahmed等人的研究,TC4材料在 $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$ -30 min固溶处理后,当冷却速度大于 $410\text{ }^{\circ}\text{C/s}$ 时,发生完全的 $\beta\rightarrow\alpha'$ 马氏体的转变^[7]。因此,判断激光熔丝成形态显微组织为针状 α' 马氏体。激光能量密度高,冷却速度快,微观组织由 $\beta\rightarrow\alpha'$,基体为 $\alpha'+\beta$ 相界。粗大的柱状晶不利于增材熔丝试样的强度和塑性等力学性能。 α' 马氏体组织会增加室温拉伸力学性能,降低塑性。

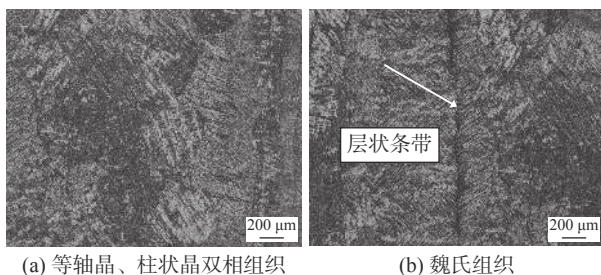
经过固溶-时效热处理之后,激光熔丝增材制造的微观组织以等轴晶组织为主,等轴晶与柱状晶组织交错分布形成双相组织,层状条带结构仍有保留,如图6所示。等轴晶的直径范围是300~900 μm ,柱状晶的宽度范围是200~700 μm 。经过热处理之后,材料发生部分再结晶,等轴晶比例增加,晶粒尺寸降低,柱状晶宽度减小。等轴化及晶粒细化有利于提高激光熔丝试样的强度和塑性。固溶-时效热处理后,在晶界处发现集束状的魏氏组织。



(a) 低倍图片 (b) 高倍图片

图5 钛合金块沉积态 SEM 显微组织

Fig. 5 SEM of as-deposited titanium alloy sample



(a) 等轴晶、柱状晶双相组织 (b) 魏氏组织

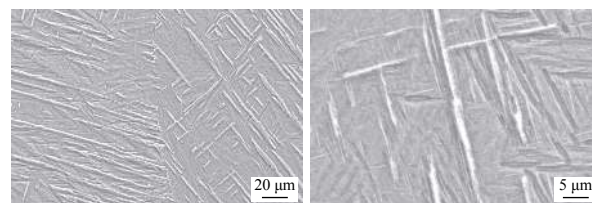
图6 热处理试样 SEM 显微组织

Fig. 6 SEM microstructures of the heat-treated sample

晶粒内部为交错细小的针状组织,与沉积态相比,宽度相当($<3 \mu\text{m}$),如图7所示。推断经过固溶-强化处理马氏体 α' 组织分解为含有针状 α 的 β 转变基体,此类组织的塑性较好^[13]。已有研究表明当加热温度低于600 $^{\circ}\text{C}$ 时, α' 发生不完全分解^[14],因此推断,仍有 α' 残留,得到 $\alpha+\beta/\alpha'$ 。

在沉积态及热处理态样品中发现近圆形的气孔,以及扁平正三角状的未熔合缺陷,如图8所示。近圆形的气孔直径最大为70 μm ,未熔合缺陷多出现于熔化的两层及两道金属界面上,此种缺陷的短轴平行于增材成形方向,当沿此方向拉伸时,易产生应

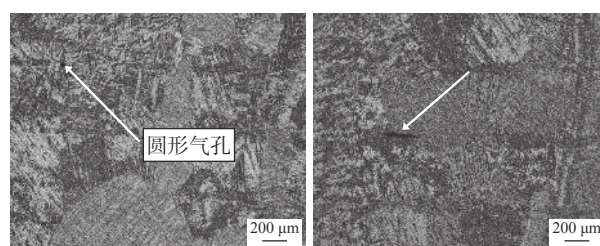
力集中,导致断裂,对静态拉伸力学性能危害大。笔者通过提高激光能量密度减少未熔合缺陷,但气孔缺陷及未熔合缺陷仍无法完全消除。



(a) 低倍图片 (b) 高倍图片

图7 热处理态 SEM 显微组织图片

Fig. 7 SEM of heat-treated titanium alloy sample



(a) 圆形气孔缺陷 (b) 未熔合扁平三角形缺陷

图8 热处理态试样中的缺陷

Fig. 8 Defects morphology of the heat-treated sample

2.2 室温拉伸力学性能分析

沉积态 TC4-DT 试样强度较高,塑性较低。固溶-时效热处理后,发生部分再结晶,晶粒等轴化,柱状晶晶粒宽度降低,同时马氏体组织 α' 分解为针状 $\alpha+\beta$ 转变基体,强度略有提高,塑性显著上升。沉积态与热处理态的强度均达到锻件水平,固溶-强化热处理后的塑性与锻件水平相当,如表3所示。

通过断口形貌(图9)分析可知,沉积态试样主要为柱状晶结构,晶粒拉伸过程中,变形协调能力差,断口存在较多的台阶状断裂结构,微观断口为细小的韧窝。经固溶-时效热处理后,柱状晶减少,再结晶形成尺寸较小的等轴晶,晶粒之间变形协调能力增强,塑性提高,微观断口韧窝尺寸增大。在热处理态宏观断口上,发现未熔合缺陷,可进一步优化试验工艺及控制流程,消除未熔合缺陷,提高材料的室温拉伸力学性能。

表3 TC4-DT 钛合金激光熔丝沉积态、热处理态与(GB/T 25137—2010)标准中 TC4 ELI 退火态合金棒室温拉伸数据对比
Table 3 Comparison of tensile data at room temperature of as-deposited, heat-treated laser fusing additive manufactured TC4-DT titanium alloy and TC4 ELI annealed alloy in GB/T 25137—2010 standard

试样	R_m/MPa	$R_{p0.2}/\text{MPa}$	$A/\%$
沉积态	976	901	6
热处理态	1 029	894	9.5
TC4 ELI锻件(GB/T 25137—2010)	828	759	10

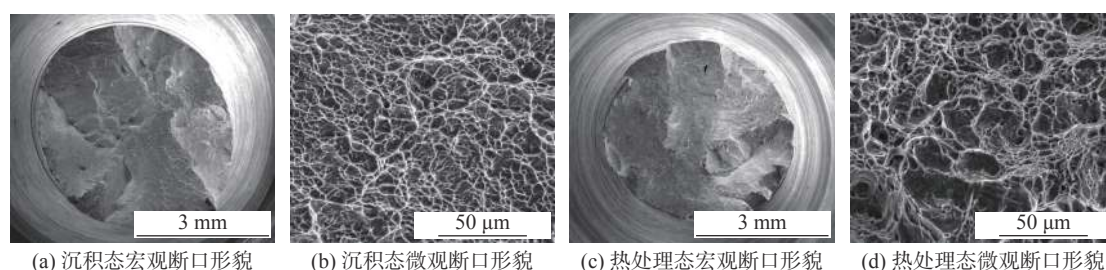


图9 沉积态及热处理态拉伸试样断口形貌

Fig. 9 Fracture morphology of as-deposited and heat-treated tensile specimens

3 结论

1) 通过对 TC4-DT 钛合金激光熔丝增材制造组织和性能的研究可知沉积态的微观组织主要为粗大的 β 柱状晶和细小的针状 α' 马氏体组织, 针状 α' 马氏体组织的宽度为 $3\ \mu\text{m}$ 以下。

2) 固溶-强化热处理后发生部分再结晶, 出现等轴晶与柱状晶交错的异构组织, α' 马氏体组织分解为含有针状 α 的 β 转变组织, 针状 α 组织的宽度小于 $3\ \mu\text{m}$ 。

3) 在晶粒内部发现近圆形气孔缺陷以及在沉积层界面上的扁平三角状未熔合缺陷, 通过优化制备工艺, 提高激光能量密度, 可减少未熔合缺陷。

4) 成形态试样室温拉伸力学性能强度高、塑性底, 经固溶-强化热处理后, 塑性明显提高, 与锻件室温拉伸力学性能相比, 强度高, 塑性略低。通过进一步优化打印及热处理工艺, 有望消除未熔合孔洞缺陷, 得到更加优异的组织及综合力学性能, 在航空航天、船舶海工等领域有广阔的应用前景。

参考文献

- [1] Jin Hexi, Wei Kexiang, Li Jianming, *et al.* Research development of titanium alloy in aerospace industry[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2015, 25(2): 280–292.
(金和喜, 魏克湘, 李建明, 等. 航空用钛合金研究进展[J]. 中国有色金属学报, 2015, 25(2): 280–292.)
- [2] Zhao Yongqing, Ge Peng. 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.)
- [3] Yang Chuan, Xu Wenchen, Wan Xingjie, *et al.* Research on near isothermal forging process of TC4 titanium alloy forgings with thin wall and high rib[J]. Journal of Plasticity Engineering, 2019, 26(2): 69–78.
(杨川, 徐文臣, 万星杰, 等. TC4钛合金薄壁高筋构件近等温锻造技术研究[J]. 塑性工程学报, 2019, 26(2): 69–78.)
- [4] Liu Shunyu, Shin Yung C. Additive manufacturing of Ti6Al4V alloy: A review[J]. Materials & Design, 2019, 164: 107.
- [5] Gou Jian, Wang Zhijiang, Hu Shengsun, *et al.* Effects of CMT+P process and post heat treatment on microstructure and properties of TC4 component by additive manufacturing[J]. Transactions of the China Welding Institution, 2019, 40(12): 31–35, 46.
(勾健, 王志江, 胡绳荪, 等. CMT+P过程及后热处理对TC4钛合金增材构件组织和性能影响[J]. 焊接学报, 2019, 40(12): 31–35, 46.)
- [6] Brandl E, Baufeld B, Leyens C, *et al.* Additive manufactured Ti-6Al-4V using welding wire: comparison of laser and arc beam deposition and evaluation with respect to aerospace material specifications[J]. Physics Procedia, 2010, 5: 595–606.
- [7] Ahmed T, Rack H J. Phase transformations during cooling in $\alpha+\beta$ titanium alloys[J]. Materials Science and Engineering:A, 1998, 243(1): 206–211.
- [8] Ducato A, Fratini L, Cascia M L, *et al.* An automated visual inspection system for the classification of the phases of Ti-6Al-4V titanium alloy[C]//Computer Analysis of Images and Patterns. Springer, 2013.
- [9] 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.
- [10] Wu Xinhua, Liang Jing, Mei Junfa, *et al.* Microstructures of laser-deposited Ti-6Al-4V[J]. Materials & Design, 2004, 25(2): 137–144.
- [11] Qian L, Mei J, Liang J, *et al.* Influence of position and laser power on thermal history and microstructure of direct laser fabricated Ti-6Al-4V samples[J]. Materials Science and Technology, 2005, 21(5): 597–605.
- [12] Yu Jun, Rombouts Marleen, Maes Gert, *et al.* Material properties of Ti6Al4V parts produced by laser metal deposition[J]. Physics Procedia, 2012, 39: 416–424.
- [13] Zhang Jinzhi, Zhang Anfeng, Wang Hong, *et al.* Microstructure and anisotropy of high performance TC4 obtained by micro forging laser cladding deposition[J]. Chinese Journal of Lasers, 2019, 46(4): 102–109.
(张金智, 张安峰, 王宏, 等. 微锻造激光熔覆沉积高性能TC4组织与各向异性[J]. 中国激光, 2019, 46(4): 102–109.)
- [14] Gil Mur F X, Rodríguez D, Planell J A. Influence of tempering temperature and time on the α' -Ti-6Al-4V martensite[J]. Journal of Alloys and Compounds, 1996, 234(2): 287–289.