变形量对激光立体成形 Ti₃Al/TC11 过渡区 显微硬度及合金元素扩散的影响

刘莹莹¹,张温馨¹,张元勃¹,蔺首圳¹,曹 雷¹,林 鑫²

(1. 西安建筑科技大学,陕西 西安 710055)(2. 西北工业大学 凝固技术国家重点实验室,陕西 西安 710072)

摘 要:对激光立体成形制备的 Ti₃Al/TC11 双合金件进行了近等温锻造,研究了经不同程度变形后过渡区的显微硬度及其合金元素的扩散情况。结果表明:经过近等温锻造后,无论所采用的变形量大与小,Ti₃Al/TC11 过渡区及其两侧的显微硬度值均显著降低,且差异减小,分布趋于均匀。变形量对过渡区显微硬度及其合金元素的扩散均有显著影响。随着变形量的增大,沿整个试样过渡区的显微硬度值均增大,且其分布的均匀性提高;随着变形量的增大,过渡区及与基体交界处的合金元素浓度梯度减小,扩散比较充分。这与随着变形量的增大,使得激光成形时所形成的粗大柱状组织被充分破碎,β晶界消失,α相和α2相呈现出细小等轴的组织形态有关。
关键词: Ti₃Al/TC11;激光立体成形;变形量;显微硬度;合金元素扩散

中图法分类号: TG146.2⁺3; TG111.6 文献标识码: A 文章编号: 1002-185X(2016)09-2429-05

由于异种材料连接的构件能充分利用每一种材料 的优异性能,如强度、比强度、耐高温性和耐腐蚀性 等。因此,在工程及制造中采用异种材料连接的结构 件,不仅能够满足不同工作条件对材质的不同要求, 而且还能节约贵重金属,降低结构的整体成本,充分 发挥不同材料的性能优势,所以在航空航天、空间技 术等领域得到了日益广泛的应用^[1,2]。

Ti₃Al 基金属间化合物具有比强度高、弹性模量高 及抗氧化性、抗蠕变能力强等一系列优异特性^[3],与 普通钛合金相比,适合在更高的温度(600~750 ℃)使 用^[4,5]。因此,将 Ti₃Al 基合金与钛合金连接起来制备 成双合金件,既能满足航空发动机用高压涡轮盘不同 部位对性能的不同要求,又能降低制造成本。但是, 前期研究表明,激光立体成形制造的钛合金组织主要 是沿沉积高度方向生长的粗大柱状晶,微观组织为网 篮组织或魏氏组织^[6-8],在采用激光立体成形制备 Ti₃Al/TC11 双合金件时也出现了沿 TC11 穿过连接界 面生长至 Ti₃Al 侧的柱状晶^[9],这就使得材料的各向异 性显著。

本实验采用等温锻造工艺破碎激光立体成形 Ti₃Al/TC11 双合金时所形成的粗大柱状晶及新生成的 金属间化合物等脆性相,随后采用热处理消除变形时 产生的残余应力,细化晶粒,改善过渡区及两侧的显 微硬度分布及合金元素的扩散,以提高连接界面的综 合性能,为获得具有良好连接界面的粉末 Ti₃Al/TC11 双合金提供可参考的工艺技术及参数。

1 实 验

本实验所选用 Ti₃Al 基合金是由北京航空材料研 究院提供的 Ti-24Al-15Nb-1.5Mo 块体材料(at%),相变 温度约为 1110 ℃,其球形粉末的制备是在西北有色 金属研究院采用等离子旋转电极法进行的,尺寸为 100~150 µm,其 SEM 形貌如图 1a 所示。

TC11 合金粉末 Ti-(5.8~7.0)Al-(2.8~3.8)Mo-(0.8~ 2.5)Zr-(0.2~0.35)Si(质量分数,%),是由西北有色金属 研究院直接提供,相变温度为 995 ℃,同样也是采用 等离子旋转电极法所制备的球形粉末,其尺寸为 150~ 190 µm,其 SEM 形貌如图 1b 所示,可以看出,粉末 的尺寸大小比较均匀。

激光立体成形实验是在西北工业大学凝固技术国家重点实验室建立的激光快速成形系统上完成的。采用的激光成形工艺参数为 3.0 kW,600 mm/min。实验

收稿日期: 2015-09-08

基金项目:高等学校博士学科点专项科研基金(20106120120017);国家自然科学基金(51101116);西北工业大学凝固技术国家重点实验室开放课题(SKLSP201117);国家级大学生创新创业训练计划项目(201310703040)

作者简介:刘莹莹,女,1977年生,博士,副教授,西安建筑科技大学冶金工程学院,陕西西安 710055,电话: 029-82205097, E-mail: wfllyy7779@163.com



- 图 1 采用等离子旋转电极法(PREP)制备的 2 种合金 球形粉末
 - Fig.1 SEM images of the spherical powders by PREP: (a) Ti-24Al-15Nb-1.5Mo and (b) TC11

前, 对粉末进行真空烘干处理, 以去除粉末中所吸附 的水分。 成形基材为 60 mm×40 mm×3 mm 的工业 纯 Ti 板锻件, 激光立体成形制备的 Ti₃Al/TC11 双合 金试样尺寸为: 18 mm×18 mm×68 mm, 其宏观形貌 如图 2 所示。随后采用 CWF 1100 热处理炉对所有激 光立体成形试样进行 700 ℃/1 h, 空冷的去应力退火, 消除激光成形时由于快冷快热所产生的残余应力。

采用 THP10-630A 可控应变速率液压机,对经过 去应力退火后的激光立体成形 Ti₃Al/TC11 试样在 960 ℃,以10⁻³ s⁻¹的应变速率进行近等温锻造,变形 程度为30%、40%、50%。

变形所用模具材料为铸造高温合金 K403。实验时



图 2 激光立体成形 Ti₃Al/TC11 试样的宏观形貌
(上→下: Ti₃Al →TC11)

Fig.2 Macrograph of the Ti₃Al/TC11 specimen after laser solid forming (upper→lower: Ti₃Al→TC11) 模具封闭在加热炉中,温度保持为930 ℃,与试样温 度(960 ℃)相差 30 ℃,几乎为等温锻造。试样加 热及变形过程中均采用玻璃润滑剂进行保护,变形后 空冷。

之后,采用 CWF 1100 电阻炉对所有经过近等温 变形的 Ti₃Al/TC11 试样进行 960 ℃/1 h,空冷+700 ℃ /7 h,空冷的热处理。

采用 401 MVD 显微硬度计,对经过不同变形程度 加工的试样过渡区及两侧的显微硬度值进行测试,测 试顺序为:从 TC11 侧穿越过渡区,最后到达 Ti-24Al-15Nb-1.5Mo 合金侧,且每隔 500 μm 打一点。其中每 个试样的 TC11 合金侧与过渡区交界处的位置均记为 2250 μm,这样是为了使不同试样连接界面的显微硬度 比较起来方便。测试时加载载荷为 0.98 N,持续时间 为 15 s。

采用 Oxford 能谱仪对截取下来且带有过渡区的试 样进行合金元素 EDS 线扫描,同样也是从 TC11 合金 侧穿越过渡区,最后到达 Ti-24Al-15Nb-1.5Mo 合金侧。

2 结果与分析

2.1 变形量对过渡区及两侧显微硬度的影响

图 3 是以 10⁻³ s⁻¹ 应变率经过不同程度变形后, Ti₃Al/TC11 双合金连接界面显微硬度的分布。其中进 入过渡区的位置定为 2250 μm,出过渡区的位置是 5250 μm (过渡区长度为 3 mm)。

从图 3 可以看出,经过近等温锻造后,无论所采 用变形程度的大与小,Ti₃Al/TC11 双合金连接界面的 显微硬度值均显著降低。如变形前试样过渡区的平均 显微硬度值为 4900 MPa,而经过不同程度变形时,过 渡区的平均显微硬度值分别为 3688 MPa (30%)、



- 图 3 在 960 ℃以 10⁻³ s⁻¹变形时,不同变形量的过渡区及其 两侧的显微硬度 (TC11→Ti₃Al)
- Fig.3 Microhardnesses of transition zone and its two sides under different deformation amount at 960 °C with $10^{-3} s^{-1}$ (TC11 \rightarrow Ti₃Al)

3938 MPa (40%)、4420 MPa (50%),变形前后过渡区 的平均显微硬度差异较大。此外还可看出,随着变形 量的增大,Ti₃Al/TC11 双合金试样过渡区及两侧的显 微硬度值明显增大,如变形量为 50%的试样过渡区显 微硬度平均值比 30%的高 700 MPa,增加幅度高达 19%;沿着同一条曲线(同一变形程度)显微硬度值 的差异减小,分布趋于均匀。这主要与不同变形量时 连接界面的组织形貌存在较大差异有关。

图4是双合金试样在960 ℃/10⁻³s⁻¹下经不同变形 量变形时过渡区中心的显微组织。可以看出,30%变 形时,有一部分α相和α2相被破碎成细小、等轴的组 织,但仍有较大量的α相和α2相保留着较长的条状组 织形态,且呈现出相互交织的网篮状;此外,由α相 和α2相镶边的β晶界清晰、比较完整,β晶粒尺寸较 大。当变形量为40%和50%时,过渡区中心的组织大 部分呈现出细小等轴的形貌,β晶界上的α相和α2相 被充分破碎,β晶界消失。尤其是当经过50%的较大 变形量时,大部分长条状的组织都破碎为细小等轴的 组织,仅有少量仍保持为条状,但其长度明显减小, 某些已发生了一处或多处的颈缩,再经过较大变形量 时就会从此处断开而使得尺寸减小。

经过变形后激光立体成形 Ti₃Al/TC11 双合金过渡 区及其两侧的显微硬度值显著降低且分布相对均匀, 其原因是锻造能够使激光立体成形时所形成的粗大柱 状组织^[9]被破碎而呈现出细小等轴、分布较均匀的组 织(图 4)。



- 图 4 在 960 ℃/10⁻³ s⁻¹下经不同变形量变形时过渡区中心 的显微组织
- Fig.4 Microstructures of the transition zone and its two sides at 960 °C with 10^{-3} s⁻¹ undergone various deformation amounts: (a) 30%, (b) 40%, and (c) 50%

由于变形量是重要的锻造工艺参数之一,因此所 采用的变形量不同,试样组织形貌和大小也会不同, 从而使得过渡区及其两侧的显微硬度值发生不同的变 化。当变形量较大时,过渡区粗大柱状组织被充分破 碎,条状相被拉长、变细,并被剪切为多段,晶格点 阵也发生了严重畸变,提高了晶格畸变能,在随后的 热处理时再结晶体积分数增大,使得晶粒细化程度增 加。因此,随着变形量的增大,过渡区及两侧的显微 硬度值较高且分布比较均匀。

2.2 变形量对过渡区合金元素扩散的影响

图 5~图 7 是激光立体成形 Ti₃Al/TC11 双合金件在 960 ℃,以应变速率 10⁻³s⁻¹进行 30%、40%和 50%变 形后过渡区合金元素 EDS 线扫描结果。可以看出,变 形量对过渡区合金元素扩散的影响比较明显。

当变形量为 30%时(图 5),过渡区 Ti 元素的扫描线相对较陡,说明 Ti 元素在过渡区及其与基体的交界处扩散不充分。当变形量为 40%时(图 6),Al、Nb、Mo 元素在过渡区及与基体交界处浓度梯度减小,趋于平缓,说明其进行了较充分的扩散;但对 Ti 元素而言,其分布出现了一个反常的现象,即在过渡区含量较低的 Ti₃Al 侧呈逐渐上升趋势。究其原因可能是由于受到热的作用,Nb 元素从含量较高的 Ti₃Al 基体扩



- 图 5 在 960 ℃/10⁻³ s⁻¹下变形 30%时,过渡区及其两侧合金 元素的扩散情况 (TC11→Ti₃Al)
- Fig.5 EDS line scanning of the transition zone and its two sides deformed by 30% at 960 $^{\circ}$ C with $10^{-3} \text{ s}^{-1} (\text{TC11} \rightarrow \text{Ti}_3\text{Al})$



图 6 在 960 ℃/10⁻³ s⁻¹下变形 40%时,过渡区合金元素的扩散情况 (TC11→Ti₃Al) Fig.6 EDS line scanning of the transition zone and its two sides deformed by 40% at 960 ℃ with 10⁻³ s⁻¹ (TC11→Ti₃Al)



图 7 在 960 ℃/10⁻³ s⁻¹ 变形下 50%时,过渡区及其两侧合金元素的扩散情况 (TC11→Ti₃Al) Fig.7 EDS line scanning of the transition zone and its two sides deformed by 50% at 960 ℃ with 10⁻³ s⁻¹ (TC11→Ti₃Al)

散过来,占据了一部分 Ti 原子的点阵位置,被替代的 Ti 元素从 DO₁₉六方有序结构中扩散出来聚集而造成。 当变形量为 50%时,过渡区合金元素扫描线相对较平 缓,Ti、Al、Nb 元素在过渡区两侧的浓度梯度减小。

采用不同变形量变形时其过渡区合金元素分布不同的原因也与其组织形貌及晶粒大小存在差异有关。 随着变形量的增大,过渡区组织比较细小均匀,β晶 界消失,β晶粒尺寸较小(图4c),使得合金元素扩散 的路径缩短,因此扩散比较充分。

3 结 论

1) 经过近等温锻造后,无论所采用变形程度的大 与小,激光立体成形 Ti₃Al/TC11 双合金过渡区及两侧 的显微硬度值均显著降低且其值的差异减小,分布趋 于均匀。这是由于锻造能够使激光成形时所形成的粗 大柱状组织被充分破碎而呈现出等轴、细小、分布比 较均匀的组织。

2) 随着变形量的增大,过渡区及其两侧的平均显 微硬度值增大且分布均匀性提高; Ti、Al、Nb 元素在

过渡区及其两侧的浓度梯度减小,分布相对均匀。这 与过渡区粗大柱状组织被充分破碎,条状相被拉长、 破碎而变细,β晶界消失,从而呈现出细小,等轴的 组织形态有关。

参考文献 References

- Li Zhiyuan(李志远), Qian Yiyu(钱乙余), Zhang Jiuhai(张九海) et al. Advanced Connection Methods(先进连接方法)[M]. Beijing: China Machine Press, 2000: 7
- [2] Pan Chunxv(潘春旭). Dissimilar Steel and Dissimilar Metal Welding(异种钢及异种金属焊接)[M]. Beijing: China Communication Press, 2000: 1
- [3] Lipsitt H A. Titanium Aluminides-An Overview[C]. Pittsburg: Materials Research Society Symposium, 1985: 351
- [4] Li Shiqiong(李世琼), Mao Yong(毛勇), Zhang Jianwei(张建伟) et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)[J], 1999, 35(S1): 284
- [5] Umakosshi Y, Nakano T, Sumimoto K et al. In: Ian Baker, Ram Darolia, J Danniel Whittenberger eds. High-Temperature

Ordered Intermetallic Alloys V[C]. Pittsburg: Materials Research Society, 1993: 119

- [6] Wu Xinhua, Liang Jing, Mei Junfa et al. Materials and Design[J], 2004, 25(2), 137
- [7] Kobryn P A, Mooreand E H, Semiatin S L. Scripta Materialia[J], 2000, 43(4): 299
- [8] Blackwell P L, Wisbey A. Journal of Materials Processing Technology[J], 2005, 170(1-2): 268
- [9] Liu Yingying(刘莹莹), Yang Chao(杨超), Lin Xin(林鑫) et al. Sciencepaper Online(中国科技论文在线), http://www.paper.edu.cn/releasepaper/content/201302-150

Effect of Deformation Amount on the Microhardness and Element Diffusion of the Transition Zone for Ti₃Al/TC11 by Laser Solid Forming

Liu Yingying¹, Zhang Wenxin¹, Zhang Yuanbo¹, Lin Shouzhen¹, Cao Lei¹, Lin Xin²

(1. Xi'an University of Architecture & Technology, Xi'an 710055, China)

(2. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

Abstract: The Ti₃Al/TC11 dual alloys were prepared by laser solid forming, and then were deformed by near isothermal forging with various deformation amounts. Afterwards, the effect of deformation amount on the microhardness and element diffusion of the transition zone and its two sides for the Ti₃Al/TC11 dual alloy specimen were investigated. The results show that after deformation, whatever the deformation amount is, the microhardness values of the transition zone and its two sides decrease obviously, the differences in microhardness value in the same specimen declines significantly and the distribution is more homogeneous. Thus, the deformation amount has a remarkable effect on the microhardness and element diffusion in the transition zone and its two sides. With the increase of deformation amount, all the values of the microhardness and the distribution homogeneity increase along the transition zone in the same specimen; however, the concentration gradients of the alloying elements including Ti, Al and Nb on both sides of the transition zone decrease, and they diffuse sufficiently along the joining interface. It is attributed to that with larger deformation, the coarse columnar grains formed in laser solid forming are broken sufficiently, the grain boundaries of β phases disappear, and the α and α_2 phases show the fine and equiaxed shape.

Key words: Ti₃Al/TC11; laser solid forming; deformation amount; microhardness; element diffusion

Corresponding author: Liu Yingying, Ph. D., Associate Professor, School of Metallurgical Engineering, Xi'an University of Architecture & Technology, Xi'an 710055, P. R. China, Tel: 0086-29-82205097, E-mail: wfllyy7779@163.com