

TA15 钛合金激光表面重熔快速凝固晶粒异常粗化

刘 彬, 方艳丽, 李 安, 张述泉, 王华明

(北京航空航天大学, 北京 100083)

摘 要: 研究了热轧退火近 α TA15 钛合金激光表面重熔快速凝固组织及激光扫描速度对快速凝固组织的影响。结果表明: 无论激光扫描速度如何加快, 采用激光表面重熔快速凝固技术都不能细化 TA15 钛合金重熔区晶粒组织, TA15 钛合金激光表面重熔区快速凝固 β 晶粒组织“异常”粗化, 重熔区中 β 晶粒尺度分别是原始基材中 α 晶粒的 10~20 倍和 β 晶粒的 32~62 倍。分析表明, TA15 钛合金激光表面重熔熔池的快速凝固是一个以熔池底部热影响区顶部与熔体接触的未熔母材 β 晶粒为衬底的直接外延生长(无形核)过程, 因此热影响区顶部与熔体接触的未熔母材 β 晶粒大小决定了重熔区快速凝固 β 晶粒的大小。激光加热表面重熔熔池形成过程中, 熔池底部与熔体接触的未熔母材 β 晶粒在短时超高温作用下发生了严重长大, 是导致钛合金激光表面重熔区 β 晶粒组织“异常”粗化的直接原因。

关键词: 激光表面重熔; 快速凝固; TA15 钛合金; β 晶粒异常粗化

中图分类号: TG17; TG166.5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2009)06-1005-05

采用快速凝固技术可制备微晶、准晶、非晶等非平衡亚稳新型结构及功能材料, 快速凝固已成为提高传统金属材料性能、挖掘现存材料性能潜力和研究开发高性能新材料的重要手段之一。快速凝固非平衡材料及快速凝固理论研究是当今材料科学与工程及凝聚态物理国际前沿重要热点研究领域之一^[1]。激光表面重熔是实现金属材料快速凝固的基本方法之一, 由于其独特的“无界面热阻”快速传导自淬火作用, 激光表面重熔是迄今为止能实现凝固冷却速度最快的快速凝固方法^[2]。用激光表面重熔方法不仅可直接获得具有快速凝固组织特征、特殊物理化学及力学性能的表面材料, 而且激光表面重熔过程快速、灵活、热影响区小、无变形、易于实现自动化^[3~7]。激光表面重熔技术已被广泛应用于钢铁材料的表面改性来提高材料的耐磨耐蚀性能^[8~10]。

钛合金具有密度低, 比强度高, 高温力学性能及耐蚀性优异等突出特点, 在航空、航天、船舶、海洋、石化和生物医学工程等领域得到应用广泛。T. M. Yue^[11]和 Z. Sun^[4]应用激光表面重熔技术处理钛及钛合金表面, 获得了具有优异耐磨耐蚀性能的表面改性层。本课题组利用激光表面重熔快速凝固技术希望在钛合金基材表面制得由细小晶粒组成的重熔层来提高钛合金表面性能。结果发现无论激光扫描速度如何加

快, 采用激光表面重熔快速凝固技术都不能细化 TA15 钛合金重熔区晶粒组织, TA15 钛合金激光表面重熔区快速凝固 β 晶粒组织“异常”粗化。有关钛合金激光表面重熔快速凝固组织“异常”粗化的研究, 国内外尚无文献报道。本研究深入分析 TA15 钛合金激光表面重熔区快速凝固组织“异常”粗化的形成原因。

1 实验材料及方法

选用厚 6 mm 具有等轴双态组织的近 α 高温钛合金 TA15 热轧退火板材作为试验基材, 其名义成分是 Ti-6Al-2Zr-1Mo-1V, 其显微组织由初生 α 等轴晶及少量残留(晶间) β 晶粒组成, 其中 α 晶粒尺寸约 6 μm , β 晶粒尺寸约 2 μm , β 相体积分数约 18% (如图 1)。

激光表面重熔快速凝固试验在 Ar 气保护箱中、配有三轴联动四坐标数控激光加工机床的 8 kW 横流连续 CO₂ 激光材料加工成套系统上进行, TA15 钛合金试样尺寸为 6 mm×50 mm×36 mm, 激光束在试样 50 mm×36 mm 表面扫描, 实现钛合金表面重熔与快速凝固。选择不同激光扫描速度来考察凝固冷却速度对组织的影响。主要工艺参数为: 激光功率 3.0 kW, 激光束束斑直径 4.0 mm, 激光束扫描速度分别选择 150、200、250、300、400、500、600 mm/min。制得的激光表面重熔试样表面如图 2 所示。图中深色条状区域

收稿日期: 2009-01-13

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(50625413)

作者简介: 刘 彬, 女, 1981 年生, 硕士, 北京航空航天大学激光材料成形制造技术实验室, 北京 100083, 电话/传真: 010-82339697, E-mail: wanghm@buaa.edu.cn

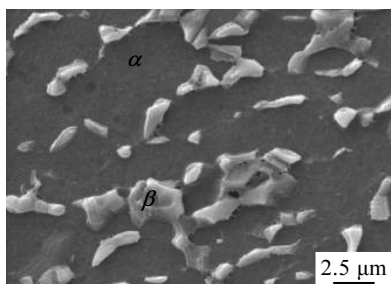


图 1 热轧 TA15 钛合金板原始组织照片

Fig.1 SEM micrographs of microstructures of hot-rolled TA15 titanium alloy

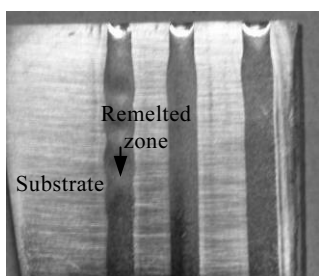


图 2 TA15 钛合金激光重熔表面宏观形貌

Fig.2 Photograph of the surface state of laser-remelted TA15 titanium alloy

是激光重熔表面。

采用电火花线切割方法自板材上加工金相试样；用 HF:HNO₃:H₂O=1:6:7 腐蚀液化学腐蚀金相试验。采用 Olympus BX51M 型光学金相显微镜 (OM) 观察其显微组织，用 RigakuD/max2200 旋转阳极 X 射线衍射仪 (XRD, Cu K α) 并结合 Noran Vantage DSI 能谱仪分析相组成。使用 SISC-IAS V8.0 金相图像分析系统测定重熔区柱状晶晶粒尺寸。

2 结果及讨论

TA15 钛合金试样激光重熔区表面未经化学腐蚀 (仅用丙酮清洗)，在光学金相显微镜下即可直接清楚观察到其“快速凝固” β 晶粒组织。图 3 是 TA15 钛合金在 4 种不同激光扫描速度下重熔区自由表面晶粒组织光学金相照片。可见，重熔区表面全部由异常粗大的等轴 β 晶粒组成，其中较大的晶粒尺寸约 300 μm ，较小的晶粒尺寸仅约 40 μm 。通过激光表面重熔快速凝固处理后，TA15 钛合金表面并没有得到预想的快速凝固细小组织，快速凝固不但细化晶粒组织反而使组织严重粗化的“异常现象”。图 4 是 TA15 钛合金激光重熔表面重熔区与热影响区交界处 β 晶粒组织 OM 照片。图中左侧能清楚看到异常粗大等轴 β 晶粒区域是 TA15 钛合金激光重熔区，图中右侧布满水平划痕

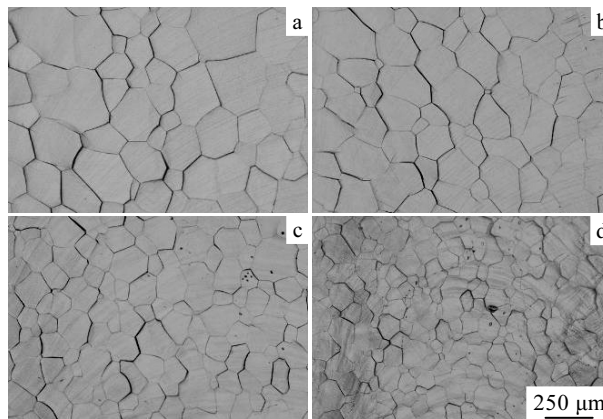


图 3 TA15 钛合金激光重熔区表面快速凝固 β 晶粒组织 OM 照片

Fig.3 OM micrographs of rapidly solidified coarse β grains on free surfaces of laser-remelted TA15 titanium alloys (laser scanning speed: (a) 150 mm/min, (b) 200 mm/min, (c) 300 mm/min and, (d) 600 mm/min)

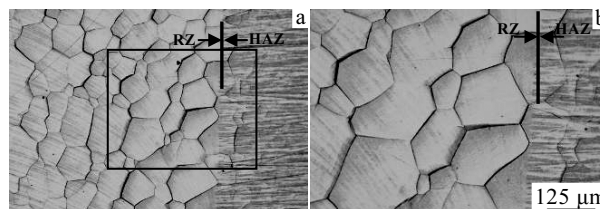


图 4 TA15 钛合金激光表面重熔区与热影响区交界处 β 晶粒组织 OM 照片

Fig.4 OM micrographs of β grains between remelted zone and heat affected zone on top free surface of laser-remelted TA15 titanium alloys (laser scanning speed: 250 mm/min)

的是热影响区。值得注意的是，绝大多数重熔区与热影响区交界处的 β 晶粒竟然横跨两个区域，一半位于重熔区中、一半位于热影响区内。此外，重熔区与热影响区交界处的 β 晶粒与图中左侧激光重熔区 β 晶粒一样粗大。图 5 是 TA15 合金重熔区表面晶粒尺寸随激光扫速的变化曲线。由图 5 可见，TA15 钛合金激光重熔区表面等轴晶平均晶粒尺寸随激光扫描速度增加而线性减小，但高激光扫描速度即高凝固冷却速度下重熔区晶粒尺寸仍很粗大。激光扫描速度由 150 mm/min 增加至 600 mm/min, TA15 钛合金激光重熔表面等轴晶平均晶粒尺寸由约 125 μm 减小至约 65 μm ，激光重熔快速凝固 β 晶粒尺寸分别是原始基材 α 晶粒尺寸 (热轧退火态 TA15 钛合金) 的 10~20 倍和 β 晶粒尺寸的 32~62 倍。

为研究 TA15 钛合金激光重熔表面异常粗大等轴晶形成原因，对激光表面重熔区域横截面及纵截面进

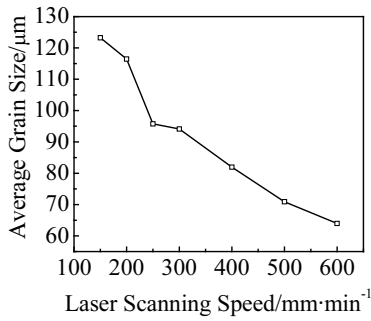


图 5 TA15 钛合金激光重熔区表面晶粒尺寸随激光扫描速度变化

Fig.5 Average β grain size of laser-remelting rapidly solidified TA15 titanium alloy as a function of laser scanning speed

行显微组织分析,如图 6 所示。在图 3 和 4 中观察到的 TA15 钛合金激光重熔表面粗大的等轴晶实际是柱状晶顶端自由表面形貌。柱状晶高约 700 μm ,直径约 200 μm 。柱状晶以下也是粗大的等轴晶,最靠近柱状晶的等轴晶晶粒尺寸约 200 μm ,等轴晶晶粒大小随离表面距离增加而减小。柱状晶和等轴晶晶内是细针状马氏体。

激光重熔 TA15 钛合金加热时表面不同深度的最高温度如图 7 所示。根据图 4 中激光重熔区和热影响区交界处晶粒分布情况以及图 6 中柱状晶生长形态可以清楚看出,激光钛合金表面重熔熔池的凝固实际上是一个以熔池底部热影响区顶部与熔体接触的未熔母材 β 晶粒作为衬底的外延生长过程。TA15 钛合金激光表面重熔熔池温度在液相线温度以上,而熔池底部热影响区顶部与熔体接触的未熔母材的温度极高已达到或超过合金固相线温度(由于加热速度极快,过热度非常大),在激光加热重熔过程中熔池底部(即热影响区顶部)未熔母材中 α 相已完全转变为 β 单相组织并快速粗化长大。随离熔池底部距离的增加,热影响区温度迅速降低,当热影响区某处温度在 $\alpha+\beta$ 两相区内,该处 TA15 钛合金 α 相部分转变为 β 相。TA15 钛合金重熔区和热影响区的 β 晶粒在激光表面重熔后快速冷却过程中转变为细小的针状马氏体组织(如图 6c 所示),X 射线分析结果表明该马氏体为 α' 相,因此发生 $\beta\rightarrow\alpha'$ 转变,生成针状钛合金马氏体 α' 相。

图 8 是 TA15 钛合金激光表面重熔熔池及其凝固组织形成示意图。如图 8a 所示,在 TA15 钛合金激光表面重熔加热过程中,被激光束所照射的合金区域表层材料熔化形成熔池,而熔池底部热影响区与熔体接触的未熔母材也同样处于超高温加热状态。由于激光表面重熔过程中对 TA15 钛合金的加热速度极快 ($1\times 10^3\sim 4\times 10^3\text{ }^\circ\text{C/s}$),该过程中发生的相变远离平衡状

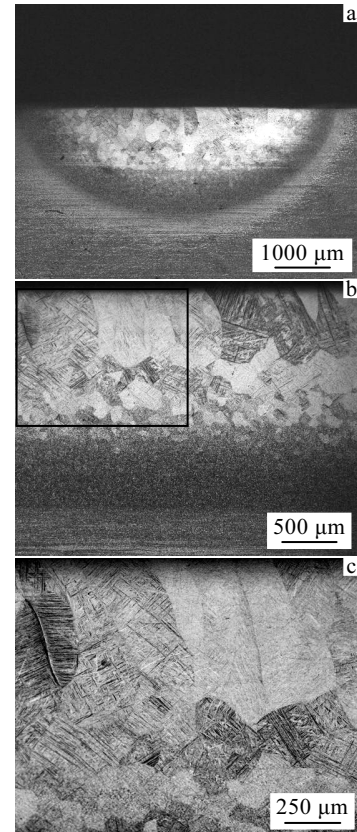


图 6 TA15 钛合金激光重熔区横截面(a)和纵截面(b), (c)显微组织照片

Fig.6 OM micrographs of rapidly solidified coarse β grain on transverse (a) and longitudinal sections (b), (c) of laser-remelted TA15 titanium alloy (laser scanning speed: 150 mm/min)

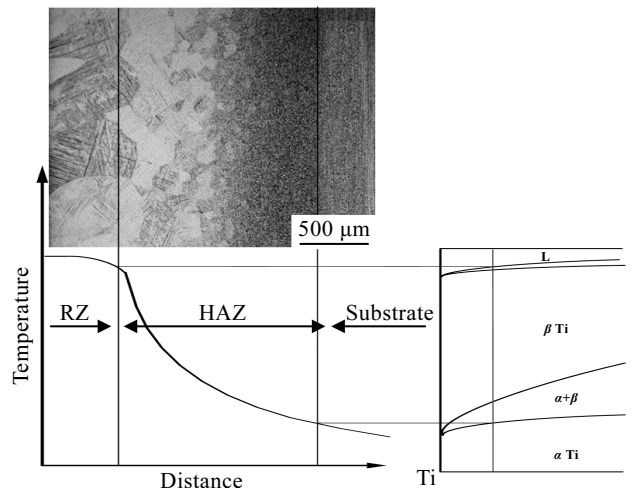


图 7 TA15 钛合金激光表面重熔熔池形成过程中纵截面上最高温度分布示意图

Fig.7 Schematic illustration of maximum temperature profile on longitudinal section of TA15 titanium alloy during laser surface remelting process

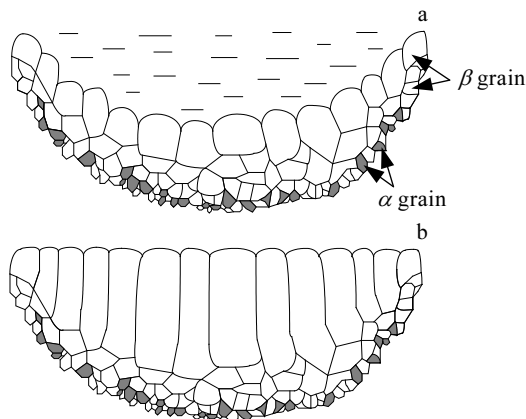


图 8 TA15 钛合金激光表面重熔快速凝固过程示意图

Fig.8 Schematic illustration of melt-pool formation and β grain-coarsening in HAZ beneath the melt-pool (a) and rapid solidification of the pool by epitaxial growth from coarse β grain during laser surface remelting TA15 titanium alloy (b)

态，其过热度非常大，因此熔池底部热影响区顶部与熔体接触的未熔母材的实际温度远高于 β 相液相线温度 T_L 。由图 7 可见，温度越高则 α 和 β 相两相的自由能差越大， $\alpha \rightarrow \beta$ 相变驱动力也越大，由于熔池底部热影响区顶部与熔体接触的未熔母材处于超高温条件（其实际温度远高于 β 相液相线温度 T_L ），因此在该区域 β 晶粒的长大速率很快，相变孕育期和相变所需时间显著缩短，因此 TA15 钛合金激光表面重熔过程中熔池底部热影响区顶部与熔体接触的未熔母材 β 晶粒能在极短时间内快速长大粗化。晶粒长大驱动力是晶粒长大前后总界面能差，因此熔池底部热影响区顶部与熔体接触的未熔母材 β 晶粒长大是一个自发过程，它能减少晶界总面积，降低总晶界能，使组织更稳定，随着晶界迁移小晶粒逐渐被吞并到相邻较大晶粒中。晶粒长大其实是晶界迁移过程，实质上又是原子在晶界附近的扩散过程，一切影响原子扩散迁移速度的因素都能影响晶粒长大速度。由扩散系数公式 $D = D_0 e^{-Q/RT}$ ，原子扩散速度随着温度升高呈指数关系急剧增加，因此温度对晶粒长大影响最为显著。由于 bcc β -Ti 中原子堆垛密度小，因此 bcc β -Ti 中的扩散要比 hcp α -Ti 中的扩散快得多， β -Ti 的扩散系数比 α -Ti 的大几个数量级。TA15 钛合金激光重熔过程中熔池底部热影响区顶部与熔体接触的未熔母材处于超高温条件，实际温度远高于 β 相液相线温度 T_L ，因此在如此高温条件下，原子扩散速度极快，导致该区域的 β 晶粒能在极短时间 (<2 s) 内迅速长大粗化 (如图 8a 所示)。

此外 β 相的非密排体心立方结构也有利于原子扩散。

当激光束向前移动后由于基材的无界面热传导自淬火冷却作用熔池开始快速凝固。由于钛的高温化学活性很强及熔池的超高温状态，钛可以还原钛合金熔体中几乎所有的难熔化合物^[12]，激光熔池中几乎不存在可作为非自发形核核心的异质质点，而熔体中沿垂直液固界面方向散热最快，液固界面前沿温度梯度较大。以上几种因素导致熔池在无界面自淬火快速冷却过程是以熔池底部热影响区顶部与熔体接触的未熔母材 β 晶粒作为衬底的直接外延生长过程 (如图 8b 所示)。由于这一无形核外延生长凝固特点，无论凝固冷却速度有多快，都不能细化晶粒，实际上熔池底部热影响区顶部与熔体接触的未熔母材 β 晶粒大小决定重熔区快速凝固 β 晶粒的大小。因此激光表面重熔快速凝固 β 晶粒异常粗大的直接原因就是熔池底部热影响区顶部与熔体接触的未熔母材 β 晶粒在激光表面重熔过程中极短时间内迅速长大粗化。

激光表面重熔过程中激光束对 TA15 钛合金表面单位面积熔池的实际加热时间 $t = d/v$ ，激光束对 TA15 钛合金表面单位面积熔池的实际加热时间 t 与激光束扫描速度 v 成反比。在其它工艺参数不变情况下，当激光扫描速度 v 增加，激光束对 TA15 钛合金表面单位面积熔池的实际加热时间 t 减少，TA15 钛合金熔池底部热影响区顶部与熔体接触的未熔母材 β 晶粒长大时间则相应缩短，即熔池底部未熔母材 β 晶粒尺寸也相应减小，由熔池底部未熔母材 β 晶粒尺寸决定的重熔区内 β 晶粒尺寸也对应减小。因此 TA15 钛合金激光重熔表面晶粒尺寸随激光扫描速度 v 增加而线性减小 (如图 5 所示)。

由于 TA15 钛合金激光表面重熔过程中，对合金熔池底部热影响区顶部与熔体接触未熔母材的超高温加热与 β 晶粒的急剧长大粗化不可避免，因此无论激光扫描速度 v 如何加快，只要能在 TA15 钛合金基材表面形成熔池，那么熔池底部热影响区顶部与熔体接触的未熔母材一定处于超高温条件，该区域的 β 晶粒会在极短时间内形核长大，其长大粗化程度 (即 β 晶粒尺寸) 与激光扫描速度 v 有关，而 TA15 钛合金激光表面重熔过程中熔池的无形核外延生长凝固特点使得熔池底部热影响区顶部与熔体接触的未熔母材 β 晶粒大小实际上就决定重熔区中 β 晶粒大小。尽管在激光表面重熔过程中，TA15 钛合金重熔区熔池内熔体冷却速度极快，但这不能决定重熔区内 β 晶粒尺寸 (重熔区 β 晶粒尺寸由熔池底部热影响区顶部与熔体接触的未熔母材 β 晶粒尺寸决定)，重熔区熔池内熔体冷却速度只能影响重熔区内 β 晶粒生长速度。

3 结 论

1) TA15 钛合金激光重熔表面快速凝固 β 晶粒“异常”粗化, 其晶粒尺寸分别是原始基材中 α 晶粒的 10~20 倍和 β 晶粒的 32~62 倍, 采用激光表面重熔快速凝固技术不能细化 TA15 钛合金重熔区晶粒组织。

2) TA15 钛合金激光表面重熔熔池的快速凝固是一个以熔池底部热影响区顶部与熔体接触的未熔母材 β 晶粒为衬底的直接外延生长(无形核)过程, 热影响区顶部与熔体接触的未熔母材 β 晶粒大小决定了重熔区快速凝固 β 晶粒的大小。

3) 激光加热表面熔池形成过程中, 熔池底部热影响区顶部与熔体接触的未熔母材 β 晶粒在短时超高温作用下发生了严重长大, 这是导致熔池快速凝固外延生长 β 晶粒组织“异常”粗化的直接原因。

参考文献 References

- [1] Wang Huaming(王华明), Zhang Lingyun(张凌云), Li An(李安) et al. *Journal of Beijing University of Aeronautics and Astronautics* (北京航空航天大学学报)[J], 2004, 30(10): 962
- [2] Wang Huaming(王华明) et al. *World Science-Technology Research and Development*(世界科技研究与发展)[J], 2004, 26(3): 27
- [3] Autric M, Weidmann D, Vacquier G. *Proceedings of the International Society of Optical Engineer*[C]. 1998, [S. 1.]: ISOE, 3574: 722
- [4] Sun Z, Annergren I, Pan D et al. *Materials Science and Engineering*[J], 2003, A345: 293
- [5] Lima M S F, Folio F, Mischler S. *Surface and Coatings Technology*[J], 2005, 199: 83
- [6] Tian Y S, Chen C Z, Li S T et al. *Applied Surface Science*[J], 2005, 242: 177
- [7] Grum J, Slabe J M. *Applied Surface Science*[J], 2006, 252: 4486
- [8] Dobrzanski L A, Boneka M, Hajduczek E et al. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2005, 164~165: 1014
- [9] Grum J, Sturm R. *Applied Surface Science*[J], 2002, 187(1~2): 116
- [10] Pan Q Y, Huang W D, Song R G et al. *Surface and Coatings Technology*[J], 1998, 102(3): 245
- [11] Yue T M, Yu J K, Mei Z et al. *Materials Letters*[J], 2002, 52: 206
- [12] Zhou Yanbang(周彦邦). *An Introduction to Founding of Titanium Alloys Casting*(钛合金铸造概论)[M]. Beijing: Aeronautical Industry Press, 2002: 76

Abnormal Grain Coarsening of Laser Surface Remelting Rapidly Solidified TA15 Titanium Alloy

Liu Bin, Fang Yanli, Li An, Zhang Shuquan, Wang Huaming
(Beihang University, Beijing 100083, China)

Abstract: Rapidly solidified microstructure of a laser surface remelted TA15 titanium alloy as a function of laser scanning speed and solidification cooling rate was investigated. Abnormal coarsening of β grains in the rapidly solidified remelted zone was readily observed for the laser glazed TA15 titanium alloy irrespective of the rapid solidification cooling rate. The β grains in laser remelted zone of TA15 titanium alloy were abnormally coarsened and their sizes were up to 10 to 20 times larger than that of the α grains or 32 to 62 times larger than that of the β grains in the original material. The rapid solidification and grain growth of molten bath of laser surface remelting TA15 titanium alloy was a process of directly epitaxial growth of the β grains of the unmelted substrate at the contact of the melt-pool bottom. The rapidly solidified β grain size in the laser remelted zone was determined by the β grain size of unmelted base metal at the bottom of molten bath. During laser heating and molten bath forming in the surface of the TA15 titanium alloy, β grains of the unmelted base metal at the top of heat-affected zone nucleated, grew in an extremely short time owing to the extremely high temperature. Solid-state abnormal coarsening of β grains on the unmelted base metal at the bottom of molten bath resulted in the abnormal coarsening of rapidly solidification structure in laser remelted zone of the TA15 titanium alloy.

Key words: laser surface remelting; rapidly solidified; TA15 titanium alloy; β grains abnormal coarsening

Biography: Liu Bin, Master, Laboratory of Laser Materials Processing and Manufacturing, Beihang University, Beijing 100083, P. R. China, Tel/Fax: 0086-10-82339697, E-mail: wanghm@buaa.edu.cn