

激光选区熔化成形 TA7 钛合金各向异性分析

杨兴远¹, 魏红伟², 张 静², 王继航¹, 姜沐池¹, 刘 意¹, 任德春¹, 蔡雨升¹, 吉海宾¹

(1. 中国科学院 金属研究所, 辽宁 沈阳 110016;

2. 北京航天动力研究所, 北京 100076)

摘要 采用激光选区熔化成形技术(selective laser melting, SLM)制备了不同成形角度的 TA7 钛合金, 分析了成形角度以及热处理对成形合金显微组织、织构及力学性能的影响。结果表明: 由于 SLM 成形技术凝固较快的特点, 导致成形 TA7 钛合金的显微组织受成形角度影响较为显著, 为平行于成形方向的柱状 β 晶粒, 晶内均为快速凝固形成的生成 α' 马氏体; 成形合金存在 $\langle 0001 \rangle$ 织构, 成形角度为 30° 时, $\langle 0001 \rangle$ 织构的取向密度指数达到最高的 15.05, Schmid 因子为 4.35; 在显微组织与织构差异的影响下, 成形合金的性能具有显著的各向异性, 随着成形角度的增加, 合金的强度逐渐升高, 塑性呈现降低的趋势; 经过热处理后, 合金的显微组织转变为等轴晶, 织构显著弱化, 合金的力学性能实现了各向同性。基于上述研究, 采用激光选区熔化成形技术可成形具有复杂流道结构的 TA7 钛合金级间壳体构件。

关键词 激光选区熔化; TA7 钛合金; 织构; 各向异性; 热处理

中图分类号 TG146.23 **文献标识码** A **文章编号** 1672-9374(2023)04-0099-07

Anisotropy analysis of laser selective melting forming TA7 titanium alloy

YANG Xingyuan¹, WEI Hongwei², ZHANG Jing², WANG Jihang¹, JIANG Muchi¹,

LIU Yi¹, REN Dechun¹, CAI Yusheng¹, JI Haibin¹

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

2. Beijing Aerospace Propulsion Institute, Beijing 100076, China)

Abstract Selective laser melting (SLM) was used to produce TA7 titanium alloy with different forming angles. The effects of forming angles and heat treatment on the microstructure, texture and mechanical properties of the alloy were analyzed. The results show that the microstructure of the formed TA7 titanium alloy was significantly affected by the forming angle due to the fast solidification of SLM forming technology. The columnar β grains were parallel to the forming direction, and the α' martensite was formed by rapid solidification in the crystals. When the forming angle was 30° , the orientation density index of the

收稿日期: 2022-12-30; 修回日期: 2023-02-24

基金项目: 中国科学院创新交叉团队项目(JCTD-2020-10)

作者简介: 杨兴远(1997—), 男, 硕士, 研究领域为钛合金增材制造。

通信作者: 任德春(1991—), 男, 博士, 研究领域为金属材料加工、钛合金增材制造。

<0001> texture reached the highest 15.05 and Schmid factor was 4.35. Under the influence of micro-structure and texture differences, the properties of the alloy had significant anisotropy. With the increase of forming angle, the strength of the alloy increased gradually, and the plasticity of the alloy decreased. After heat treatment, the microstructure of the alloy changed to equiaxed crystal, the texture was weakened significantly, and the mechanical properties of the alloy achieved isotropy. Based on the above research, the TA7 titanium alloy interstage shell with complex runner structure was fabricated by laser selective melting forming technology.

Key words laser selective melting; TA7 titanium alloy; texture; anisotropy; heat treatment

0 引言

高可靠性、高运载能力火箭的发展对航天发动机性能的要求逐步提高,发动机零部件向着构型拓扑化、结构一体化等创新结构发展。钛合金是航天发动机领域的重要材料之一,然而钛合金存在硬度高、变形回弹大、加工困难等缺点,限制了钛合金的应用^[1-2]。增材制造是基于离散堆积原理,通过计算机将零件的三维模型离散成为二维模型,采用高能热源将原材料熔化组成堆积,最终实现金属零件快速成形^[3-5],其中,激光选区熔化成形技术以金属粉末为原材料,采用激光为能源,以铺粉的方式进行成形,用这种技术可以直接制备近乎致密、性能良好的金属构件^[6]。SLM 技术的发展使得复杂结构钛合金构件在航天领域的优势变得愈加显著^[7],但是成形过程较快的冷却速率及复杂的热循环作用下会产生温度梯度,导致合金的组织呈现各向异性^[8-9]。近年来各向异性、异质微观结构及其对力学性能的影响成为金属增材制造领域的研究热点^[10]。孙文博等设计并研究了成形角度分别为 0°、45°、75°和 90°的 4 种 SLM 成形 TC4 钛合金疲劳裂纹扩展行为,结果表明角度为 45°的试件疲劳裂纹扩展速率较慢,具有较好的疲劳抵抗能力^[11]。王尧

等研究了成形角度为 30°、45°和 60°的 SLM 成形 Ti6Al4V 试样在 NaF 溶液中的腐蚀行为,其研究表明成形角度为 45°试样的耐腐蚀性能最佳^[12]。

TA7 (Ti-5Al-2.5Sn) 钛合金在航天领域得到了广泛应用,该合金的元素组成不含 β 相稳定性元素,合金组织对冷却凝固速率具有特殊的敏感性^[13],所以 SLM 成形的 TA7 钛合金的显微组织、结构等与传统合金差异较大,进而对力学性能产生影响。本文采用 SLM 成形技术制备了与基板夹角分别为 0°、30°、60°、90°的 4 种 TA7 钛合金拉伸试样,研究了不同角度的 TA7 钛合金的显微组织、结构对室温拉伸性能的影响规律,分析了热处理后合金性能的变化规律并开展了级间壳体成形研究,为 SLM 成形 TA7 钛合金构件在航天领域的工程化应用提供参考。

1 实验材料与方法

1.1 实验材料

本文使用的原材料是气雾化 TA7 钛合金粉末,其各元素的质量分数如表 1 所示,粉末宏观形貌为球形,如图 1 所示,粉末粒度 ≤53 μm,具有良好的流动性。

表 1 TA7 钛合金粉末各元素质量分数
Tab. 1 Mass fraction for different element of TA7 titanium alloy powder 单位: %

$w(\text{Ti})$	$w(\text{Al})$	$w(\text{Sn})$	$w(\text{Fe})$	$w(\text{Si})$	$w(\text{C})$	$w(\text{N})$	$w(\text{O})$	$w(\text{H})$
余量	5.07	2.75	0.19	0.01	0.011	0.01	0.10	0.001 2

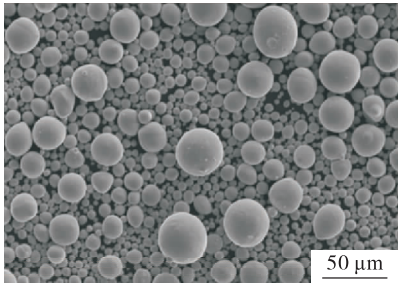


图 1 TA7 钛合金粉末形貌

Fig.1 Powder morphology of TA7 titanium alloy

1.2 试样制备

采用型号为 Concept Laser M2 的成形设备制备不同成形角度的 TA7 钛合金试样成形参数如表 2 所示。试样成形过程中,首先通过移动刮刀在钛合金基板上铺一层 TA7 合金粉末,然后通过高能激光束与零件数字模型相结合熔化金属粉末,与前一层实现冶金结合,最后成形平台下降一定的高度,进行下一层铺粉,通过不断重复上述过程,最终通过逐层熔化制备出成形角度分别为 0°、30°、60°、90° 的 TA7 钛合金试样,成形角度为试样的轴向与基板之间的夹角,如图 2 所示。

表 2 SLM 制备 TA7 钛合金试样的成形工艺参数

Tab.2 Processing parameters for TA7 titanium alloy fabricated by SLM

激光功率/ W	扫描速度/ (m·s ⁻¹)	铺粉厚度/ μm	扫描间距/ μm	能量密度/ (J·mm ⁻³)
370	1.5	50	95	208

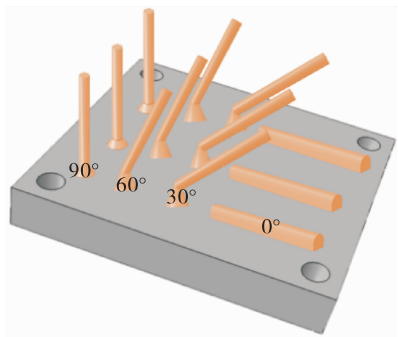


图 2 不同成形角度的 TA7 钛合金试样示意图

Fig.2 Schematic diagram of TA7 titanium alloy samples at different forming angles

1.3 组织性能分析

将成形 TA7 钛合金样品切取后进行机械磨抛,

采用体积比为 HNO₃: HF: H₂O = 1: 1: 3 的化学腐蚀液对合金样品进行腐蚀。然后利用型号为 Zeiss Axiovert 200MAT 的金相显微镜(OM)对合金的金相显微组织进行观察;采用型号为 Hitachisu-70 的电子显微镜(SEM)对 TA7 钛合金粉末的形貌、成形试样的高倍显微组织进行观察。通过型号为 D8 Discover 的 X 射线衍射仪(XRD)对成形试样进行物相检测。采用型号为 TSE504D 的电子万能试验机按 GB/T 228. 1—2010《金属室温拉伸试验方法》对 SLM 成形 TA7 钛合金试样进行室温拉伸性能检测。

2 结果与讨论

2.1 SLM 成形 TA7 合金组织与性能

SLM 成形 TA7 钛合金纵截面的显微组织如图 3 所示。

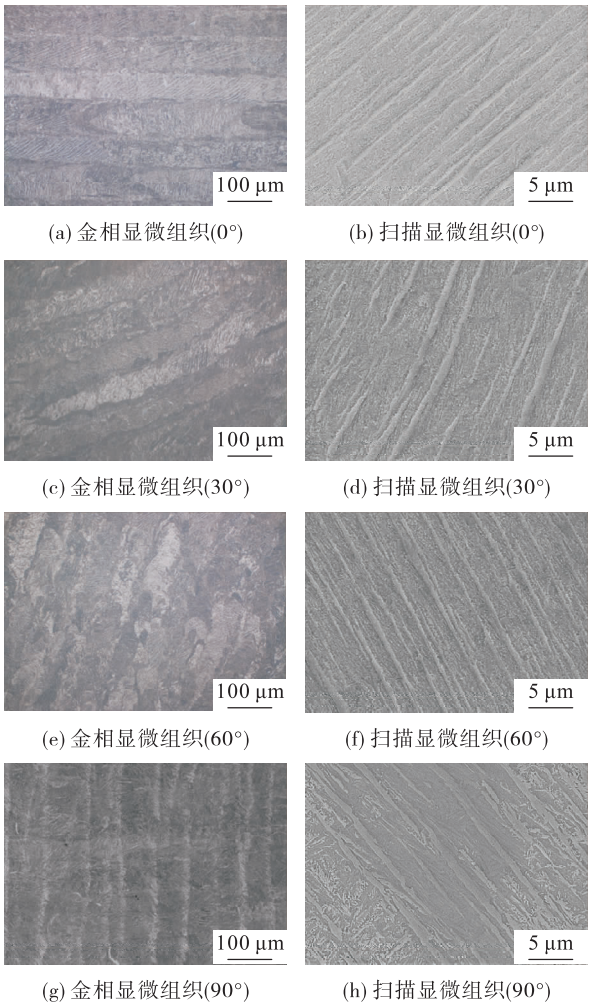


图 3 不同成形角度的 TA7 钛合金试样的显微组织

Fig.3 Microstructure of TA7 titanium alloy samples at different forming angles

从图 3 中可以看出,试样内部实现了良好的冶金结合,没有明显的孔洞、未熔合以及裂纹等缺陷。SLM 成形过程中,激光熔化粉末形成的熔池温度从底部到顶部逐渐升高,热量散失主要沿着成形方向,导致沿成形方向存在较高的温度梯度,致使熔池内的熔融态合金发生定向凝固,从熔池底部沿成形方向逐渐凝固,导致了柱状晶的产生,随着逐层熔化凝固 β 柱状晶粒发生外延生长^[14],从图 3(a)、图 3(c)、图 3(e)与图 3(g)中可以看出显著的原始 β 柱状晶形貌,柱状晶宽度约为 $100\ \mu\text{m}$ 、长度 $1\ \text{mm}$ 以上, β 柱状晶长轴方向与成形方向保持一致。

成形过程中合金的凝固速率可达 $10^7\ \text{K/s}$,在此条件下, β 相来不及转变为 α 相,形成 α' 相,发生马氏体相变,该相变过程原子迁移距离小于一个原子间距,为近程迁移,不发生原子扩散^[15]。形成的马氏体相与柱状晶原始晶界的夹角是 45° [见图 3(a)、图 3(c)、图 3(e)和图 3(g)],这是由相变过程 α 与 β 相的 Burgers 位向关系决定的^[16]。

不同成形角度 TA7 钛合金的 XRD 图谱如图 4 所示,从图 4 中可以看出,由于 TA7 钛合金不含 β 稳定元素,因此未见 β 相衍射峰,结合图 3 的显微组织进一步确认 SLM 成形合金的相为马氏体相。

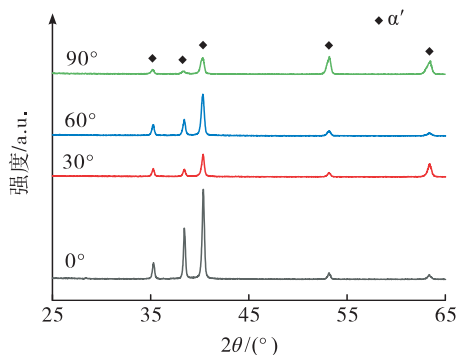


图 4 不同成形角度的 TA7 钛合金试样的 XRD 图谱

Fig. 4 XRD patterns of TA7 titanium alloy samples at different forming angles

从图 3、图 4 可以看出 SLM 成形 TA7 钛合金中未见 β 相,成形合金的性能主要取决于 α' 相^[17]。为

进一步确认 α' 相的分布情况,对 4 种成形角度 TA7 钛合金进行织构分析, $\{0001\}$ 、 $\{11-20\}$ 及 $\{11-10\}$ 反极图如图 5 所示。从图 5 中可以看出,当成形角度为 0° 时,TA7 钛合金的织构主要为 $\langle 0001 \rangle$,取向密度指数为 2.33;当成形角度为 30° 时,TA7 钛合金的主要织构为 $\langle 0001 \rangle$,但取向密度指数增加至 15.05;当打印角度为 60° 与 90° 时,合金中 $\langle 0001 \rangle$ 织构的强度显著减弱。

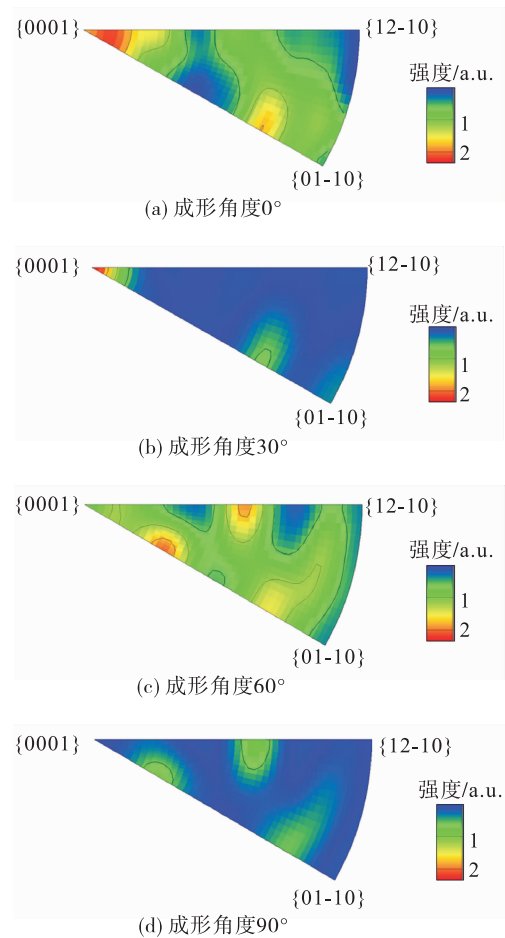


图 5 不同成形角度 TA7 钛合金的反极图

Fig. 5 Reverse polarity of TA7 titanium alloy at different forming angles

不同成形角度 TA7 钛合金的室温屈服强度、抗拉强度、延伸率的数值如表 3 所示。可以看出,随着角度的变化,合金的性能存在差异,随成形角度的增大,TA7 钛合金的强度呈现升高的趋势,延伸率呈现降低的趋势。

表 3 不同成形角度的 TA7 钛合金室温拉伸性能
Tab. 3 Tensile properties of TA7 titanium alloy at room temperature at different forming angles

成形角度/ (°)	屈服强度/ MPa	抗拉强度/ MPa	延伸率/ %
0	972.5	1 027	14.25
30	979.0	1 047	13.50
60	951.0	1 024	13.50
90	880.0	983	11.50

晶粒的尺寸变化会影响合金的强度,SLM 成形合金组织的典型特征是柱状晶组织,将原始 β 柱状晶视为单个晶粒,不同方向成形 TA7 合金在拉伸性能测试过程中的示意图如图 6 所示。

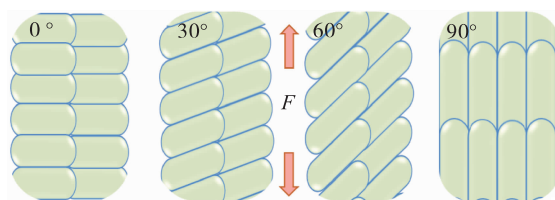


图 6 不同成形角度 TA7 钛合金拉伸示意图

Fig. 6 Tensile diagram of TA7 titanium alloy at different forming angles

相关研究表明裂纹不会沿着原始 β 晶界扩展,而 β 晶界在一定程度上对裂纹的扩展起到阻碍作用,在变形过程中,通常微裂纹首先在 β 晶粒内强度较低的地方形成,并且沿着切应力较大的方向进行扩展^[18]。成形角度 0° 的试样在测试过程中,加载方向与柱状晶长轴方向垂直,加载方向晶粒尺寸较小,晶粒细化在提高强度的同时,也提升了合金的延伸率,而当成形角度为 90° 时,柱状晶的长轴方向

与载荷方向一致,沿加载方向晶粒尺寸显著增大,粗大的晶粒会降低合金的强度,因此该成形角度强度最低^[19]。

材料晶粒的晶体取向影响材料的宏观力学性能,特别是对于密排六方结构的 SLM 成形 TA7 钛合金,织构对其性能的影响更大^[17,20]。当合金存在 $\langle 0001 \rangle$ 织构时,密排六方晶体的柱面和锥面滑移系临界开动临界剪切应力会增大,因此导致合金的强度较高,柱面和基面滑移的 Schmid 因子可以用来表征合金变形的难易程度。一般来说, Schmid 因子越大合金越容易发生形变,强度越低^[17]。对成形 TA7 钛合金进行 EBSD 测试,结果显示打印角度为 0° 和 30° 的 SLM 成形 TA7 钛合金中存在 $\langle 0001 \rangle$ 织构[如图 5(a)、图 5(b)所示],基面滑移的 Schmid 因子分别为 4.45 和 4.35。成形角度为 60° 和 90° 时, $\langle 0001 \rangle$ 取向的晶粒较少,晶粒的取向相对分散。当成形角度为 30° 时,TA7 钛合金中晶粒变形的难度最大,导致其强度较高。从上述研究可以看出,SLM 成形 TA7 钛合金各向异性受显微组织与织构的双重影响,存在一定的各向异性。

2.2 热处理对 SLM 成形 TA7 钛合金组织性能的影响

图 7 为不同成形角度 TA7 钛合金热处理前后 IPF 对比图。从图 7 中可以看出,经过热处理后 TA7 钛合金纵截面初始 β 柱状晶消失,组织发生了明显的再结晶现象, α' 马氏体转变成成为等轴 α 相,晶粒尺寸约为 20 ~ 90 μm ,再结晶后的 α 晶粒呈现不同的取向,晶粒择优取向趋势不显著。热处理后合金的极图如图 8 所示,与图 5 的成形态相比,热处理后合金内部织构明显弱化。

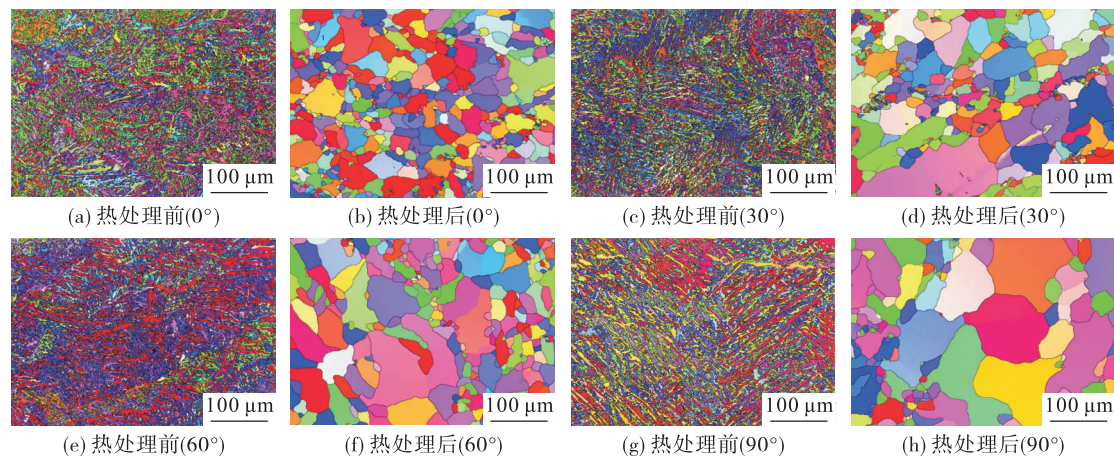


图 7 SLM 成形 TA7 钛合金热处理前后 IPF 图

Fig. 7 IPF of TA7 titanium alloy before and after heat treatment at different forming angles

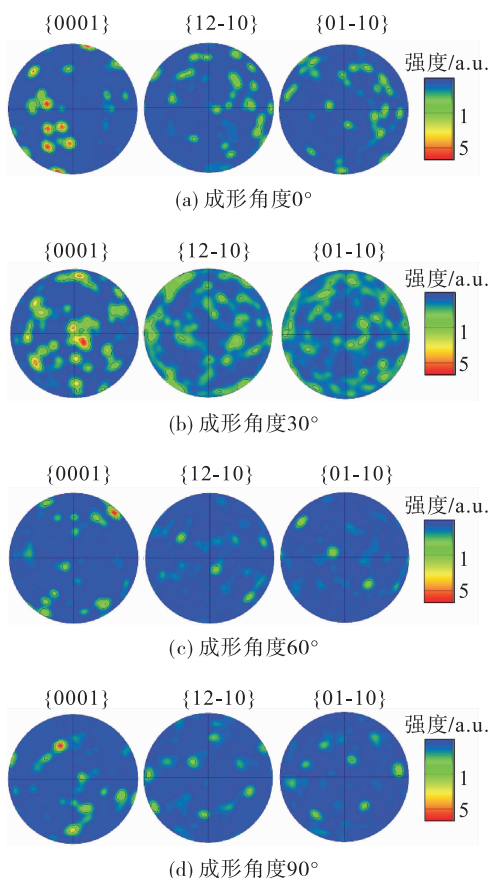


图 8 热处理后 SLM 成形 TA7 钛合金的极图

Fig. 8 Polar images of TA7 titanium alloy with different forming angles after heat treatment

图 9 为热处理后的 SLM 成形 TA7 钛合金试样室温拉伸性能。

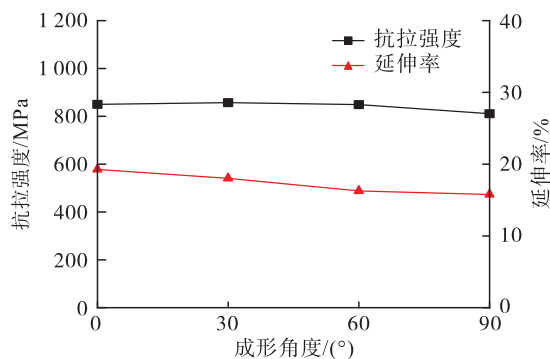


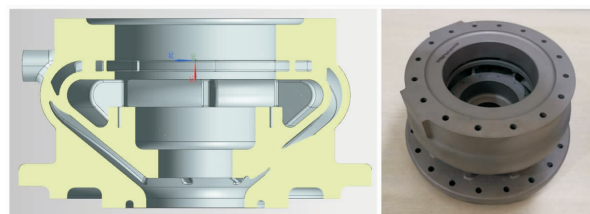
图 9 热处理后不同成形角度的 TA7 钛合金试样室温拉伸性能

Fig. 9 Tensile properties at room temperature of TA7 titanium alloy samples with different forming angles after heat treatment

从图 9 中可以看出经过热处理后合金的各向异性消失,不同成形角度 TA7 钛合金的抗拉强度和延伸率趋于一致。与成形态相比(见表 3),合金抗拉强度的平均值由 1 020 MPa 降至 842 MPa,延伸率的平均值由 13.18 % 升至 17.31 %,强塑性匹配度得到了提高。热处理过程中发生再结晶,导致成形态合金中的 α' 马氏体相全部转变为等轴 α 相,晶粒尺寸显著增大,相界面的数量显著减少,由于相界在一定程度上对位错源的开动具有抑制作用,所以合金的强度会有一定的下降^[21]。

2.3 SLM 成形 TA7 级间壳体构件

当前,空间技术的飞速发展对航天发动机提出了更高的要求,一方面,发动机中金属构件朝着复杂、薄壁、整体化和轻量化、高可靠的方向发展;另一方面,传统的航天研究机构和新生的商业航天公司为争夺国际发射市场,特别重视新型号发动机研制周期和成本的降低。在 SLM 成形 TA7 钛合金组织性能研究的基础上,针对新一代航天发动机对高可靠性钛合金级间壳体的需求,研制出具有复杂流动结构的 TA7 级间壳体构件(见图 10),热处理后构件的组织与性能满足设计要求。



(a) 级间壳体构件三维剖面图 (b) 级间壳体构件实物图

图 10 激光增材制造 TA7 钛合金级间壳体构件

Fig. 10 TA7 titanium alloy component fabricated by additive manufacturing

3 结论

1) SLM 成形的 TA7 钛合金存在近似平行于沉积方向的原始 β 柱状晶,由于冷却速度极快, β 晶粒内有大量针状 α' 马氏体相生成,合金存在 $\langle 0001 \rangle$ 织构,当成形角度为 30° 时, $\langle 0001 \rangle$ 织构的强度最高,取向密度指数为 15.05。

2) 受显微组织与织构的双重影响,SLM 成形 TA7 钛合金拉伸性能具有各向异性,当成形角度增

加时,合金强度先增加后降低,塑性逐渐降低,当成形角度为 30° 时,合金具有良好的匹配度。

3) 热处理后合金的显微组织由等轴 α 相组成,强度略有下降,延伸率有所提高,不同成形角度的SLM成形TA7钛合金试样室温拉伸性能的各向异性消失。

参考文献

- [1] 王博,蒋平,赵骞,等. 氢氧火箭发动机组件研制阶段可靠性技术综述[J]. 火箭推进,2021,47(2):1-8.
WANG B,JIANG P,ZHAO Q,et al. Review on reliability technology of hydrogen-oxygen rocket engine components in development [J]. Journal of Rocket Propulsion, 2021, 47(2):1-8.
- [2] 孙纪国,何学青,阳代军,等. 大推力氢氧发动机关键制造技术[J]. 火箭推进,2022,48(2):117-126.
SUN J G,HE X Q,YANG D J,et al. Key manufacturing technology for large thrust LH_2/LOx cycle engine [J]. Journal of Rocket Propulsion,2022,48(2):117-126.
- [3] 左蔚,宋梦华,杨欢庆,等. 增材制造技术在液体火箭发动机应用述评[J]. 火箭推进,2018,44(2):55-65.
ZUO W,SONG M H,YANG H Q,et al. Application of additive manufacturing technology in liquid rocket engine[J]. Journal of Rocket Propulsion,2018,44(2):55-65.
- [4] THIJS L,VERHAEGHE F,CRAEGHS T,et al. A study of the microstructural evolution during selective laser melting of Ti-6Al-4V [J]. Acta Materialia, 2010, 58(9):3303-3312.
- [5] 姜沐池,任德春,蔡雨升,等. 硼含量对激光熔覆沉积TC4钛合金显微组织与力学性能影响[J]. 稀有金属材料与工程,2022,51(10):3777-3784.
- [6] VILARO T,COLIN C,BARTOUT J D. As-fabricated and heat-treated microstructures of the Ti-6Al-4V alloy processed by selective laser melting[J]. Metallurgical and Materials Transactions A,2011,42(10):3190-3199.
- [7] 辛如意,兰亮,何博. 选区激光熔化增材制造钛合金的疲劳性能研究进展[J]. 材料科学与工程学报,2022,40(4):706-716.
- [8] 刘炳森,张述泉,张纪奎,等. 层间冷却对激光增材制造TC17钛合金组织和拉伸性能的影响[J]. 中国激光,2022,49(14):130-140.
- [9] TAN X P,KOK Y,TAN Y J,et al. Graded microstructure and mechanical properties of additive manufactured Ti-6Al-4V via electron beam melting[J]. Acta Materialia, 2015,97:1-16.
- [10] SUO H B,CHEN Z Y,LIU J R,et al. Microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-4V by electron beam rapid manufacturing[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2014,43(4):780-785.
- [11] 孙文博,马玉娥. 选区激光熔化TC4钛合金疲劳裂纹扩展行为研究[J]. 航空科学技术,2022,33(3):71-76.
- [12] 王尧,阎笑盈,满成,等. 不同打印角度SLM-Ti₆Al₄V组织结构及其在含氟离子溶液中的腐蚀行为[J]. 工程科学学报,2021,43(5):676-683.
- [13] WEI K W,WANG Z M,ZENG X Y. Preliminary investigation on selective laser melting of Ti-5Al-2.5Sn α -Ti alloy: From single tracks to bulk 3D components[J]. Journal of Materials Processing Technology,2017,244:73-85.
- [14] 吴冬冬,钱远宏,李明亮,等. 激光复合增材制造TA15钛合金组织与拉伸性能研究[J]. 应用激光,2020,40(4):615-620.
- [15] 欧阳德来,鲁世强,崔霞,等. TB6钛合金热变形诱导马氏体转变[J]. 中国有色金属学报,2010,20(12):2307-2312.
- [16] SHI R,DIXIT V,FRASER H L,et al. Variant selection of grain boundary α by special prior β grain boundaries in titanium alloys[J]. Acta Materialia,2014,75:156-166.
- [17] 赵子博,王清江,刘建荣,等. Ti60合金棒材中的织构及其对拉伸性能的影响[J]. 金属学报,2015,51(5):561-568.
- [18] REN Y M,LIN X,FU X,et al. Microstructure and deformation behavior of Ti-6Al-4V alloy by high-power laser solid forming[J]. Acta Materialia,2017,132:82-95.
- [19] 王振,甘春雷,李锋,等. Zr含量对工业纯铝组织及性能的影响[J]. 材料研究与应用,2022,16(2):253-261.
- [20] 席国强,邱建科,雷家峰,等. Ti-6Al-4V合金的室温蠕变行为[J]. 材料研究学报,2021,35(12):881-892.
- [21] 丁灿,汪常亮,李峰,等. 固溶-冷速-时效对TC4-DT合金显微组织和力学性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程,2020,49(3):962-967.