doi: 10.11933/j.issn.1007-9289.2015.02.005

基体温度对 TC11 钛合金 EB-PVD 修复层 组织及振动疲劳寿命的影响 *

孙 刚¹,陈学明²,马国佳¹,马江宁¹,崔向中¹

(1. 北京航空制造工程研究所 高能束流加工重点实验室,北京 100024; 2. 国营锦江机器厂,成都 610043)

摘 要:为了研究温度对修复层性能的影响,采用电子束物理气相沉积(EB-PVD)技术在 TC11 平板试样上制备了修 复层,利用 X 射线衍射仪(XRD)、扫描电子显微镜(SEM)和能谱仪(EDS)研究了不同温度下修复层的成分及组织形貌 变化,并通过振动疲劳试验等方法研究了温度对修复层振动疲劳寿命的影响。结果表明:在 600~800 C进行修复时, 修复层为柱状晶组织。修复层的致密性随温度升高而变大,这种变化也会影响修复后试片的振动疲劳性能,修复层柱 状晶结构间隙处形成的裂纹源会造成试片疲劳性能的下降。

关键词:电子束物理气相沉积(EB-PVD);温度;修复层;振动疲劳寿命 **中图分类号:**TG174,444 **文献标志码:**A **文章编号:**1007-9289(2015)02-0059-06

Effects of Substrate Temperature on Structure and Vibration Fatigue Age of Repairing Layers on TC11 Titanium Alloy Prepared by EB-PVD

SUN Gang¹, CHEN Xue-ming², MA Guo-jia¹, MA Jiang-ning¹, CUI Xiang-zhong¹

(1. Science and Technology on Power Beam Processes Laboratory, Beijing Aeronautical Manufacturing Technology Research Institute, Beijing 100024; 2. Jinjiang State Machine Factory, Chengdu 610043)

Abstract: TC11 repairing layers was prepared on the TC11 test pieces EB-PVD technology at different temperatures to study the influence of temperature. The microstructure was characterized by XRD, SEM and EDS, and the vibration fatigue behavior of the samples at room temperature was tested. Experiment results show that the repairing layers is the columnar crystals at 600-800 °C in the deposition process. The vibration fatigue age of the repairing layer increases by raising the substrate temperature. The alternation of structure and morphology caused by temperature has great effect on the vibration fatigue performance, however, the crack source exiting in the gap between grain boundary, decrease the vibration fatigue age of the test pieces after repairing.

Keywords: electron beam-physical vapor deposition (EB-PVD); temperature; repairing layer; vibration fatigue age

0 引 言

钛合金具有比强度大、比重轻、耐高温以及 焊接性能良好等优点,钛合金航空结构件的应用 越来越广泛,是压气机叶片等结构件的首选材 料。压气机叶片容易受到空气中沙尘等粒子的 冲蚀,从而引起表面缺陷导致叶片的损伤和失 效。特别是因为沙尘冲蚀而引起的表面缺陷,虽 然仅是表面数十微米的损伤,也往往会造成叶片 振动频率达不到使用要求,而造成发动机效率的 严重下降,因此需要采取适当的方法对这种微损 伤叶片进行必要的修复,从而使微损伤叶片可以 继续服役而不会给发动机效率带来较大损失^[1]。

收稿日期:2014-05-26;修回日期:2014-09-16;基金项目:*国家重大科研仪器设备研制专项(211YQ120039) 通讯作者:孙刚(1981-),男(汉),工程师,硕士;研究方向:表面防护;Tel:(010)85701490;E-mail:sgbk2005@163.com

网络出版日期: 2015-03-11 15:08; 网络出版地址: http://www.cnki.net/kcms/detail/11.3905.TG.20150311.1508.024.html
 引文格式: 孙刚,陈学明,马国佳,等. 基体温度对 TC11 钛合金 EB-PVD 修复层组织及振动疲劳寿命的影响 [J]. 中国表面工程, 2015, 28(2): 59-64. Sun G, Chen X M, Ma G J, et al. Effects of substrate temperature on structure and vibration fatigue age of repairing layers on TC11 titanium alloy prepared by EB-PVD [J]. China Surface Engineering, 2015, 28(2): 59-64.

目前,对于零件机修复研究的方法主要有: 喷涂、激光修复和气相沉积法等[2]。由于喷涂及 激光修复采用粉末或丝材在基体表面溶化方法 而获得修复层,所以很难进行数百微米以下的精 密修复。而电子束物理气相沉积技术(Electron beam-physical vapor deposition, EB-PVD) 技术 通过蒸发-沉积可以比较快捷的在基体表面获得 数十微米的致密沉积层;同时,EB-PVD 技术还 兼具高的结合力(几乎与基体可达到冶金结合)、 优良的表面质量等优点,因此是一种对精密零件 进行微损伤修复的有效方法[3-4]。乌克兰巴顿焊 接所国际电子束中心采用 EB-PVD 技术对钛合 金叶片进行了修复,并对其基础性能和应用情况 进行了研究,制备出性能优良的修复层[5]。另 外,美国 GE 公司也利用该技术对直升机旋翼轴 的磨损部位进行修复,同样也获得了性能较好的 修复层^[6]。虽然目前对 EB-PVD 进行零件修复 的工作研究和报道相对较少,但不可否认这是进 行精密零件修复的有效方法之一。

在电子束物理气相沉积工艺中,扩散是表面 粒子的主要运动形式,表面原子的扩散能力及扩 散概率决定材料的生长形态及其宏观性能^[7]。 而基体温度对沉积原子在基体材料上的运动形 式有非常重要的影响,因此温度是影响修复层的 微观结构及宏观性能的重要因素^[8]。文中采用 EB-PVD技术在 TC11 钛合金平板叶片上制备 了修复层,研究了沉积温度对修复层组织结构、 成分和显微形貌,以及这些因素对振动疲劳性能 的影响,为采用该方法进行精密零件修复进行了 初步的探索。

1 材料及方法

基体材料为 TC11 材料,为了方便后续振动 疲劳试验的进行,文中采用经与实际制造过程一 致的机械加工以及热处理后的棒材加工成平板 叶片形状的试片,具体形状及尺寸如图 1 所示。

沉积修复层采用为乌克兰型 UE-204 EB-PVD 设备。试片经打磨、抛光之后,经去离子水-汽油-乙醇超声波清洗并烘干后,放入真空室,将 真空室抽至气压为 6×10⁻³ Pa 左右时,采用电子 束物理气相沉积方法制备修复层,棒料为 TC11 合金材料。沉积过程中,基体温度分别为 600、 700 和 800 ℃,沉积总时间为 15 min,沉积结束后 将带有修复层的试片撤至预真空室,后炉冷至 200℃再空冷至室温。为了观察修复层的组织结构,对试片的截面进行抛光处理,然后采用盐酸 和硝酸的混合溶液进行腐蚀,利用日立 S-4700 型扫描电子显微镜(SEM)(自带能谱电子探针 (EDS))和 X 射线衍射仪(XRD)对试片进行截面 形貌观察及物相分析。



图 1 试片形状及尺寸 Fig. 1 Specimen's size and shape (Unit: mm)

试片的振动疲劳寿命测试试验在 UD 实验 台上进行,最大振动频率为 5 000 Hz,实验过程 所加频率根据各试片固有频率而定,测试方法依 据 HB5277-1984。叶片按一定角度装夹,以模拟 真实叶片的受力状态。采用 PYD-1 型振动疲劳 试验系统进行叶片的振动疲劳试验。失效标准: 以频率降低 1%作为钛合金的破坏标准^[9]。文中 对修复后的试片进行疲劳寿命的考核,并与原始 试片做相应对比,其中每种温度的试片取 9 个进 行试验,试验结果取平均值。

2 结果与讨论

2.1 修复层截面结构及成分分布

图 2 给出基体温度分别为 600、700 和 800 ℃ 时的修复层截面形貌及成分分布。由图可以看 出,基体温度对修复层生长速率及截面结构有较 大的影响。随着温度的升高,涂层厚度变大,这 是与材料的吸附和扩散效应有关^[2]。当基体温 度为 600 ℃时,修复层组织处在细小纤维结构向 柱状晶转变的过渡区域,修复层较为致密;当基 体温度为 700 ℃时,修复层组织为典型的柱状晶 结构,柱与柱之间界面清晰,柱间孔隙十分明显, 修复层显得比较疏松;当基体温度升高至 800 ℃



(a) Cross section morphology, 600 °C

时,修复层组织的柱状晶结构不再明显,柱与柱之间界面也不清晰,修复层十分致密。



(b) Composition distribution, 600 °C



(c) Cross section morphology, 700 $^{\circ}$ C

(d) Composition distribution, 700 °C



图 2 不同基体温度下修复层的截面形貌及成分分布 Fig. 2 Cross section morphologies and composition distribution of the repaired layers at different substrate temperatures

当基体温度分别为 600、700 和 800 ℃ 时修 复层的 EDS 成分扫描(图 2(b)(d)(f))可以得 出,修复层中 Ti 元素的含量比基体中略高,而 Al 元素的含量变化恰恰相反。另外,对 600 ℃的涂 层(图 3)不同部分的 EDS 点分析(表 1)可以看 出,在靠近基体一侧的修复层中的铝含量高于背 离基体一侧的铝含量,形成了富铝区,随着温度 的升高富铝区面积逐渐减小。

在蒸发沉积时,铸锭表面熔池在气化前首先 分解为单质,然后分别以蒸汽的形式沉积到基板 表面,并形成镀层。Al比Ti要先蒸发,容易蒸发 的组分开始时含量比原始基材大,两种组分的蒸 发程度相差越大造成的差异就越大。随着融化 的不断进行,两者的蒸汽压差值不断减小,蒸发 速率的差值也不断减小。最终得到的涂层出现 了靠近基体部位铝含量高,靠近修复层边缘部位 铝含量低的现象。而基板温度决定蒸汽原子的 粘附系数,进而影响其沉积率^[10],Al比Ti的饱 和蒸气压高,有助于得到更高Al含量的蒸汽原 子,但是基板表面温度在接近Al的熔点时,不利 于其在基板表面附着沉积,从而导致蒸镀后Al 含量减少^[11]。另外,由于Mo和Zr元素属于难 熔金属,而Si元素含量较低且易挥发,因此,剩余 元素在修复层中的含量明显小于基体。为了确 定涂层中相组分的变化,采用XRD对涂层进行 相结构分析。





Fig. 3 Cross section morphology of the repaired layer with 600 $^\circ\!\mathrm{C}$

表 1 图 3 中修复层不同部位的成分分布

Table 1 Composition distribution of different parts in the repairing layer in Fig. 3

Repaired layer	а		b	
	$\omega/\sqrt[0]{0}$	$a/\frac{0}{0}$	$\omega/\sqrt[0]{0}$	$a/\frac{0}{0}$
Ti	85.93	81.37	92.83	92.18
Al	9.87	16.62	4.1	7.24
Mo	2.96	1.40	1.00	0.49
Zr	1.24	0.61	0.17	0.09

2.2 修复层相组织

图 4 是修复层表面的相成分分析,由图可见,修复层的主要成分是 α-Ti 相及 AlTi₃ 金属间 化合物相,没有新相生成。与基体相比,β-Ti 峰 在修复层中没有出现,且随着温度的升高,α-Ti 峰的强度在不断变大,当温度达到 800 ℃时各相 强度几乎和基体相同。随着温度升高,AlTi₃ 相 衍射峰强度逐渐加强,TiAl₃ 峰的强度逐渐降低。 可以看出,随基体温度升高,修复层表面原子扩 散加剧,固溶于 Ti 中的 Al 元素含量变大,而钛 合金中的 Al 元素为α相稳定元素,它以置换形 式固溶于钛,形成 TiAl 金属间化合物相,从而使 得 Ti₃Al 相增多。根据 EDS 分析,温度升高时, 沉积在基板上的 Al 元素数量比温度较低时要 多,所以在 600 ℃沉积时,TiAl 金属间化合物相 的强度相对较少。



图 4 修复层表面的 XRD 图谱 Fig. 4 XRD parttens of repaired layer

2.3 修复后试片振动疲劳性能

2.3.1 振动疲劳寿命

表 2 为试片不同状态疲劳寿命试验数据,结 果表明,制备修复层后的试片振动疲劳性能相对 原始试片较低,其中基体温度为 600、700 和 800 ℃时疲劳寿命分别为原始基体的 13%、11% 和 25.6%。

表 2 试片不同状态疲劳寿命试验数据

Table 2 Fatigue test data of the deferent specimens

Parameters	Original	Repaired			
	specimen	600 °C	700 °C	800 °C	
Test frequency	1 870	1 818	1 805	1 820	
Cycle index	1 003 300	134 285	129 930	256 230	

2.3.2 疲劳断裂分析

图 5 为沉积修复层前后基体的显微形貌。 由图可以看出,经过 800 ℃沉积 15 min 后基体的 显微组织没有发生改变,显微组织保持未进行沉积的状态,为两相组织,等轴α相组织在β基体上。制备修复层前后两相的形貌和含量也几乎没有变化。虽然TC11钛合金理论上的软化温度为600℃左右,但是在沉积的过程中实际温度处于800℃的时间很短,只有十几分钟,因此对基体的显微组织几乎没有任何影响。可以认为基体本身的力学性能几乎没有变化。

图 6 是基体温度为 700 ℃和 800 ℃时修复层 试片经振动疲劳试验后的裂纹形貌和断口形貌。



(a) Before repairing

从裂纹形貌上看,基体温度为 700 ℃时修复层的 裂纹总是领先于基体,而基体裂纹落后于修复 层,并向着修复层裂纹尖端延伸。而制备温度达 到 800 ℃时,涂层裂纹虽然仍领先基体,但其拓 展速度几乎一致。另外从断口形貌上来看,两种 基体温度下修复层的断口平直,垂直于基体方向, 是一种沿晶断裂方式;而基体部分断口,韧窝密集, 呈现典型的韧性断裂。此外,相对于 800 ℃下沉积 的试片,700 ℃的沿晶断裂轮廓更加明显,断口几 乎呈完全平直状态。



(b) After repairing at 800 ℃

图 5 修复前后基体的显微形貌 Fig. 5 Morphologies of the substrate before and after repairing



(a) Cracks, 700 °C



(b) Cracks, 800 °C



(c) Crack fracture, 700 °C

(d) Crack fracture, 800 $^{\circ}\!\mathrm{C}$

63

图 6 修复后试片的裂纹形貌和裂纹断口形貌 Fig. 6 Crack and crack fracture morphologies of the specimen after repairing 由以上分析可以看出,造成沉积后试片振动 疲劳寿命降低的原因是修复层为典型的柱状晶 结构,柱状晶粒之间存在一定的间隙,因此,柱状 晶间的间隙处容易形成裂纹源,裂纹不断萌生、 生长^[12],并且由于修复层与基体结合力近乎冶金 结合,修复层产生的裂纹在拓展过程中对基体表 面产生较大的横向张力,从而使裂纹延伸至基体 处,最终导致整个试片在此处发生断裂。另外, 沉积温度 800 ℃时由于修复层比较致密,结合力 相对较好,柱状晶间孔隙较少,孔隙尺寸也较小, 导致沿晶断裂的倾向相对 700 ℃时要小一些,因 此在疲劳试验中表现出了较好的抗疲劳性能。

3 结 论

(1)采用 EB-PVD 技术可以获得近似冶金 结合的修复层,基体温度对修复层形貌有较大的 影响,当温度由 600 ℃升至 800 ℃时修复层组织 经历了由纤维晶一柱状晶一致密晶的转化过程。

(2)修复层中铝质量分数相对基体偏少,在 靠近基体的部位出现富铝结构,铝质量分数可达
9.87%;而靠近修复层表面部位出现贫铝现象, 铝质量分数为4.1%。

(3) 修复层的主要成分是 α-Ti 相及 Ti_xAl 金属间化合物相,没有新相生成。跟基体相比, β-Ti峰在修复层中没有出现,且随着温度的升高 α-Ti 峰的强度在不断变大,当温度达到 800 ℃的 时候各相强度几乎和基体相同。

(4)制备修复层后的试片其振动疲劳性能相 对原始试片较低,基体温度为600、700和800℃ 时疲劳寿命分别为原始基体的13%、11%和 25.6%。造成沉积后试片振动疲劳寿命降低的原 因是修复层柱状晶粒之间存在一定的间隙,柱状 晶间的间隙处容易形成裂纹源,裂纹不断萌生、 生长,最终导致试片破坏。

参考文献

[1] 吴笛.物理气相沉积技术的研究进展与应用[J].机械工程与自动化,2011(167):214-216.

Wu D. The research development and application of EB-PVD technology [J]. Mechanical Engineering & Auto Mation, 2011

(167): 214-216 (in Chinese).

- [2] 回丽,许红,许良,等. 航空钛合金结构件的损伤修复技术[J]. 机械设计与制造,2005,11:125-126.
 Hui L, Xu H, Xu L, et al. Repair technologies of Ti-alloy components on aeronautical structure damages [J]. Machinery Design & Manufacture, 2005, 11:125-126 (in Chinese).
- [3] Srinivasa Rao D. Electron Beam Physical Vapor Deposition Technology [M]. Great Britain: Harsha, K. S. S, 2006.
- [4] Belousov Kuzmichev. Muti-component Deposition Method And Apparatus [P]. USA: US2005205415. 2005-02-05.
- [5] Jogender Singh. Electron beam-physical vapor deposition technology: present and future applications [C]. First Annual Naval - Industry R&D Partnership Conference Concludes, 2000, 3.
- [6] Wilfried Smarsly. Coatings for advanced aero engine materials [C]. Sheffield University. 8th HIPIMS Conference, UK: 2009, 7.
- [7] Han J C, Zhang D M. Research on Ti-Al/Nb multilayer composites fabricated by EB-PVD [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2006, 35(10): 1665-8.
- [8] 郭洪波,徐惠彬,宫声凯,等. 基板温度对 EB-PVD 梯度 热障涂层的微观结构和性能的影响 [J]. 金属学报,2001, 37(9):997-1000.
 Guo H B, Xu H B, Gong S K, et al. Effects of the substrate temperature on microstrucure and property of EB-

PVD gradient thermal barrier coatings [J]. Acta Metallurgica Sinica, 2001, 37(9): 997-1 000 (in Chinese).

- Ma L, Sun Y, Xu Z H, et al. Preparation and performance of large-sized Ti/Ti-Al micro-laminated composite [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 200, 37(2): 322 -325.
- [10] 马李,孙跃,赫晓东,等. Ti/Ti2Al 微叠层复合材料的微观组织与性能研究 [J]. 材料工程,2007(S1):69-72.
 Ma L, Sun Y, Hao X D, et al. Study on microstructures and mechanical properties of Ti/Ti-Al micro-laminated composite [J]. Journal of Materials Engineering, 2007 (S1):69-72 (in Chinese).
- [11] 康继东,陈士宣,陈士煊,等. 压气机叶片的振动疲劳特性[J]. 航空动力学报,1999,14(1):100-101.
 Kang J D, Chen S X, Chen S X, et al. Vibration fatigue characteristic of compressor blades [J]. Journal of Aerospace Power, 1999, 14(1): 100-101 (in Chinese).
- [12] Chen S, Qiu S J, Liang L, et al. Sintering and microstructure evolution of columnar nickel-based superalloy sheets prepared by EB-PVD [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2010, 507: 146-150.