# 固溶时间对 Ti-5553 显微组织及拉伸性能的影响

张瑞雪<sup>1,2</sup>,马英杰<sup>2</sup>,黄森森<sup>1,2</sup>,雷家峰<sup>2</sup>,王平<sup>1</sup>,杨锐<sup>2</sup>

(1. 东北大学,辽宁 沈阳 110819)(2. 中国科学院金属研究所,辽宁 沈阳 110016)

**摘 要**:研究了两相区不同固溶时间对 Ti-5553 合金显微组织及拉伸性能影响。利用扫描电镜观察显微组织随固溶时间 的演化行为,重点分析了初生 α 相 (α<sub>p</sub>)比例及长宽比分布随固溶时间的变化规律,利用 EBSD 技术表征了固溶保温阶 段晶界 α 相及晶内 α 的晶体取向演化,利用电子万能试验机进行了室温拉伸性能测试。结果表明:随着固溶时间的增 加,初生 α 比例降低,等轴化程度增加,进一步导致拉伸塑性变形过程中位错运动的阻力及合金强度降低;晶界 α<sub>p</sub>在 固溶过程中是以"热切口"的形式发生截断,然而截断部分晶体取向仍保持一致。

**关键词**: Ti-5553; 初生 α 相; 显微组织; 力学性能

中图法分类号:	TG146.23	文献标识码:	A	文章编号:	1002-185X(2020)03-0985-05

Ti-5553 是一种高强高韧的亚稳 β 钛合金,具有良 好的淬透性和疲劳性能,在航空航天大型构件中的应 用远远超过其他合金<sup>[1-3]</sup>。航空制造业中,为了减少化 石燃料的消耗和 CO<sub>2</sub>的排放,研究者已经将焦点聚于 减重上<sup>[4]</sup>,目前 Ti-5553 已有取代传统合金 Ti-10V-2Fe-3Al成为新航空专用材料的趋势<sup>[5]</sup>。亚稳 β 钛合金进行单相区变形会保留部分亚稳 β 相,经再结 晶退火后形成具有粗大 α 晶界和均匀细密的 α 片层结 构的魏氏组织;初生 α 相 ( $a_p$ )于热变形或两相区固 溶过程中形成;次生 α 相 ( $a_s$ )于时效过程或缓慢冷 却过程从 β 基体中析出; $a_p$ 及  $a_s$ 的形态和尺寸会对材 料力学性能有重要影响<sup>[6-9]</sup>。单纯提高合金强度可通过 调整时效温度和时间等多种手段来实现,然而在不损失 强度的前提下提高合金塑性是一项极具挑战性的工作。

 $\alpha_p$ 主要于热变形中形成,但真正能够精确控制 $\alpha_p$ 在基体中含量和形态的重要手段是两相区固溶处 理<sup>[10]</sup>。目前针对固溶温度的影响已有广泛研究:王清 江<sup>[11]</sup>等人的研究表明确保 Ti60 合金具有较好的工艺 塑性,等轴 $\alpha_p$ 在均匀密布 $\alpha_s$ 的 $\beta$ 基体中比例要严格控 制在 10%~30%之间以获得优异的力学性能;Fan<sup>[12,13]</sup> 等人研究结果表明,固溶温度升高 $\alpha_p$ 含量减少,强度 降低塑性升高,与 Ti-5553 合金的力学性能具有相似 的变化规律及显著的时效强化效果<sup>[14,15]</sup>。此外 $\alpha_p$ 的形 态也对合金的力学性能有显著影响,在多种钛合金合 金中发现等轴 $\alpha_p$ 与均匀分布的片层 $\alpha_s$ 融合结构可得到 合金强塑性的最佳配比<sup>[16,17]</sup>。通过控制固溶保温时间 不仅可以控制 $\alpha_p$ 的含量及形态,更能够影响 Al、Mo 等元素在 $\alpha$ 与 $\beta$ 相间扩散<sup>[18-20]</sup>,对各项力学性能配比 调控具有非常重大的理论和实际操控意义。

本研究针对 Ti-5553 合金,研究了不同固溶保温 时间对 *a*<sub>p</sub>尺寸和形态的影响、*a*<sub>p</sub>的分布对 *a*<sub>s</sub>析出以及 合金力学性能的影响;采用 EBSD 技术深入分析了 β 基体与 *a*<sub>p</sub>的取向关系对 *a*<sub>p</sub>的形态变化的影响。

## 1 实 验

本实验材料为  $\phi$ 55 mm 的钛合金单相区锻棒,其 名义成分为 Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-0.6Fe。材料经单相区 锻造后原始组织如图 1 所示。实验材料的  $\beta$ 转变温度 经金相法测得(805±5) °C。取 4 个  $\phi$ 55 mm×65 mm 圆 柱试样进行不同保温时间的固溶处理后空冷至室温, 固溶温度为 770 °C,固溶时间分别为 1、5、15、48 h。 对固溶所得 4 组试样均进行 560 °C 保温 4 h 后经空冷 至室温的时效处理。分别于 4 组试样取  $\phi$ 10 mm×60 mm 的棒状拉伸试样(标距 25 mm、标距段直径 5 mm)





收稿日期: 2019-03-25

基金项目:国家自然科学基金 (51871225);中国科学院战略性科技先导专项 (B类) (XDB06050100)

作者简介:张瑞雪,女,1992年生,博士生,东北大学材料科学与工程学院,辽宁 沈阳 110819,电话:024-83681708, E-mail: zrx532@163.com

各 3 支进行拉伸性能检测,以及 Φ10 mm×5 mm 小块 试样进行机械磨抛、化学腐蚀后观察棒材横截面显微 组织并进行 EBSD 分析。

# 2 结果与讨论

#### 2.1 固溶时间对显微组织的影响

图 2 是材料经不同固溶保温时间及相同时效制度 的显微组织,观察组织发现随 770 °C固溶保温时间增 加,晶内 $\alpha_p$ (Intracrystalline $\alpha_p$ , InC $\alpha_p$ )相数量减少 但尺寸增大,晶界 $\alpha_p$ (Grain Boundary, GB $\alpha_p$ )粗化 且发生断裂。由图 2a、2b 和 2c 可看出固溶 1、5 和 15 h 晶内 $\alpha_p$ 变化更为明显,尤其是小尺寸的 $\alpha_p$ 含量明 显减少, GB $\alpha_p$ 略有粗化并出现断裂趋势。固溶时间 达到 48 h 时晶界和晶内  $a_p$  尺寸均显著增加,且宽度方 向更为明显, GB  $a_p$  已发生断裂,每段长度不大于 10 µm,如图 2d 所示。图 2 中 4 种固溶保温时间的  $a_p$  相 体积分数及  $a_p$  长度在 1 µm 以上( $L_{ap}$ >1 µm)所占个 数比的统计结果如表 1 所示,随固溶时间增加  $a 与 \beta$ 相逐渐达到相平衡状态, a 含量逐渐降低;固溶时间 5 与 1 h 相比  $L_{ap}$ >1 µm 的个数比增加,即部分  $L_{ap}$ <1 µm 的  $a_p$  溶解在  $\beta$  基体中(图 2a、2b),尺寸越小的  $a_p$  界 面曲率越大越不稳定,极易溶解<sup>[10]</sup>;固溶时间增加至 15 h 时  $L_{ap}$ >1µm 的个数比不增反降,说明大量  $L_{ap}$ <1 µm 的  $a_p$ 溶解的同时有大尺寸的  $a_p$ 发生断裂,断裂后 的  $a_p$ 还未来得及全部溶解(图 2c);固溶时间足够长 至 48 h 时,长度小于 1 µm 的  $a_p$ 几乎全部溶解(图 2c)。



图 2 Ti-5553 合金经不同固溶保温时间的显微组织

Fig.2 Microstructures of Ti-5553 alloy after solution at 770 °C for different holding time: (a) 1 h, (b) 5 h, (c) 15 h, and (d) 48 h

图 3 是晶内  $a_p$  与  $a_s$ 的局部放大 SEM 照片。可见, 随固溶保温时间增加  $a_p$ 比例下降、宽度方向尺寸增加,同时还发现  $a_p$ 由大片平行排列逐渐转变为随机排列且分布密度下降;图中白圈标记处 2 个或多个  $a_p$ 的一端相互连接,其外形轮廓不规则界面能高,为了自身能够稳定存在 2 个  $a_p$ 逐渐溶合到一起以减小界面能如图中黑圈所示,并最终完全溶合到一起使  $a_p$ 在长度和宽度方向的尺寸都增大(图 2d), $a_p$ 尺寸增大的另一个原因是 Al 元素不断向  $a_p$ 内聚集,而 Mo、V、Cr等  $\beta$ 稳定元素会向  $\beta$  相内聚集,随着扩散的进行  $a_p$ 周围  $\beta$  相的成分与  $a_p$ 无限接近使得  $a_p$ 自发的长大<sup>[18,19]</sup>。 将图 3 的晶内  $\alpha_p$ 长宽比(Feret Ratio, FR)统计于图 4 (固溶 48 h 的  $\alpha_p$ 长宽比由其他大面积的显微组织图 统计得出,包括全部  $\alpha_p$ )。

表 1 770 ℃固溶不同保温时间 α<sub>p</sub>含量和尺寸统计 Table 1 Size and volume statistics of α<sub>p</sub> solution treated at

770 °C for different holding time	
-----------------------------------	--

Solution time/h	Volume fraction of $\alpha_p / \%$	Statistics $L_{a_p} > 1 \ \mu m / \%$
1	28	62
5	26	70
15	21	59
48	12	99



图 3 晶内初生 α 及次生 α 相的 SEM 形貌

Fig.3 SEM images of intracrystalline primary  $\alpha$  and secondary  $\alpha$  solution at 770 °C for various holding time: (a) 1 h, (b) 5 h, (c) 15 h, and (d) 48 h

图 3a 与 3b 对比可见  $a_p$ 长度方向几乎没有长大, 而在宽度方向上增长,导致 FR>4 的  $a_p$ 含量大幅降低 而 FR<2.5 的  $a_p$ 含量明显升高,此外还发现几乎全部 短棒状的  $a_p$ 在长度方向上相互平行排列;图 3c 中  $a_p$ 在宽度方向上增长更明显,长宽比结果也表明 FR<2.5 的  $a_p$ 含量达到 67%,在增长的同时  $a_p$ 的排列随机化, 但仍能观察到少数  $a_p$ 存在平行关系, $a_p$ 的间距相较于 前两图中  $a_p$ 之间的距离明显变大;图 3d 中  $a_p$ 宽度已 经超过 1  $\mu$ m,由于统计结果包含了晶界  $a_p$ 故 FR>4 的  $a_p$ 含量略有增加,还观察到  $a_p$ 不存任何方向的平行关 系。此外固溶时间增加  $a_p$ 分布密度逐渐降低, $a_p$ 间间 距增加有助于  $a_s$ 生长, $a_s$ 片层长度增加,图 3d 中  $a_s$ 片层长度已达到 2  $\mu$ m。





Fig.4 Histogram of volume statistics of  $\alpha_p$  solution treated at 770 °C for various holding time

图 5a 采用 BESD 技术对晶内  $\alpha_p$ 及 GB  $\alpha_p$ 征与  $\beta$  基 体的取向关系表征的 IPF, 图 5b 以绿线表示 2°~10°的小 角度晶界,以红线表示大于 10°的大角度晶界,以黑线 表示  $\alpha 与 \beta$  两相的相界 (PB), 黑色相界线完整包裹着 GB  $\alpha_p$  及晶内  $\alpha_p$  的外轮廓。图中  $1\alpha_p$  与  $2\alpha_p$  均为 GB  $\alpha_p$ , 即使已经断开并存在一段距离,但仍有大角度原始 $\beta$ 晶 界将其相连,而且根据反极图颜色所示两 GB ap 取向仍 保持一致,这也说明  $1\alpha_p$ 、 $2\alpha_p$ 与  $3\alpha_p$ 原本同属一条  $\alpha$  晶 界,更可观察到 2ap 已出现缺口,这种缺口是本身存在 的位错引起晶格畸变的畸变能在固溶过程中得到释放, 在长时间固溶的情况下逐渐形成"热切口",它的本质 是一种热力学缺陷<sup>[10,21]</sup>普遍存在;图中同样发现晶内 4a 的一端也出现了"热切口", 晶内 ap 中出现"热切口" 的现象较少的原因有两点: (1)晶内位错数量较晶界少, 释放的畸变能小不易形成"热切口"; (2)晶内 α<sub>p</sub>一般呈 短棒状而非 GB ap 的曲折板条状,长度较小形成"热切 口"需克服巨大的界面阻力。图中  $5\alpha_p 与 6\alpha_p$ 为晶内  $\alpha_p$ , 两者相距非常近几乎相连,但根据反极图颜色发现两者 取向相异,说明是2个独立的晶内 $\alpha_p$ 不属同一个 $\alpha$ 相。 图 5c 为间断的 GB  $\alpha_p$  与晶内  $\alpha_p$  的 SEM 照片,图中能够 观察到断续的 GB  $\alpha_p$ 间有白色的原始晶界相连,无论是 已经截断的 ap 还是即将截断的 ap 均由白色的原始晶界 连接在一起,而晶内 $\alpha_{\rm p}$ 相界完整,完全独立存在于 $\beta$ 基 体中,右侧的晶内  $\alpha_p$ 一侧隐约有"热切口"出现。图 5d 与 5e 在图 5c 的基础上时效处理后的 SEM 显微组织,晶

内 $a_p$ 的边界经时效后依旧清晰完整,不受 $\beta$ 基体中析出  $a_s$ 影响;原始晶界在时效过程中粗化,将GB $a_p$ 截断使 其相界不完整,GB $a_p$ 即使在形貌上表现出间断化,但 仍有晶界将其连通。GB $a_p$ 与晶内 $a_p$ 发生截断最大的区 别在于GB $a_p$ 两侧由取向不同的2种 $\beta$ 基体包裹,即使 发生截断 $\beta$ 晶界始终存在并起到连接的作用;而晶内 $a_p$ 则被取向完全相同的 $\beta$ 基体包裹,发生截断后不会留下  $\beta$ 晶界,脱离后的2个 $a_p$ 相互独立,若脱离后的 $a_p$ 尺寸 过小,将难以稳定存在而逐渐溶解于 $\beta$ 基体中。

![](_page_3_Figure_4.jpeg)

图 5 固溶 48 h 后合金晶界及晶内 ap的 SEM 和 EBSD 照片

Fig.5 SEM and EBSD images of grain boundary  $\alpha_p$  and intracrystalline  $\alpha_p$  solution treated for 48 h: (a) IPF map of alloy; (b) GB and phase boundary of alloy; (c) GB  $\alpha_p$ SEM image of alloy; (d) InC  $\alpha_p$  SEM image of alloy aging after solid solution for 48 h; (e) GB  $\alpha_p$  SEM image of alloy aging after solid solution for 48 h 综上所述,随固溶时间的增加晶内 *a*<sub>p</sub>在宽度方向 长大而长度方向无变化,即 *a*<sub>p</sub>的宽纵比增加; GB *a*<sub>p</sub> 在宽度方向粗化的同时沿长度方向发生截断,大幅提 高宽纵比;晶内 *a*<sub>p</sub>宽纵比的增加是相对独立的,每一 个 *a*<sub>p</sub>都具有不同的晶体取向,而 GB *a*<sub>p</sub>在发生截断时 会留下相互连通的晶界,即使 GB *a*<sub>p</sub>在形貌上已经发 生了截断但晶界彼此仍相连且取向始终保持一致,此 晶界在时效过程会发生粗化,与 Fan<sup>[21]</sup>等人得到的 *a* 球化机制相似, GB *a*<sub>p</sub>发生截断现象是由于晶界附近 大量位错堆积固溶过程畸变能得到释放形式"热切口" 而逐渐截断,晶内 *a*<sub>p</sub>在宽度方向粗化依据最小界面能 原理逐渐球化。

#### 2.2 固溶时间对力学性能的影响

4 种不同固溶时间配以相同的时效处理后的拉伸 性能列于表 2。拉伸结果总体规律随固溶保温时间增 加,强度下降塑性增加,固溶时间由 1 h 增加至 15 h 时强度下降约 30 MPa,而塑性提高了 4%,固溶时间 继续延长至 48 h 塑性不变强度持续降低。固溶 15 h 时塑性与强度达到最佳配比。

根据显微组织及力学性能分析可知,固溶时间延 长 α<sub>p</sub>的尺寸增加、长宽比减小并伴随晶界断裂, 故强 度体现出不同程度降低,同时塑性也体现出不同程度 的升高符合组织性能变化基本规律。固溶 5 和 15 h 时 显微组织的变化主要体现在  $\alpha_p$ 比例下降, 晶内  $\alpha_p$ 尺寸 增加以及长宽比减小,在拉伸试验均匀变形阶段 ap内 会发生面滑移易于开动,容许更大面积的位错塞 积<sup>[22]</sup>; ap比例虽有所降低但从形貌上分析未对 as的析 出有明显影响,棒状 ap对位错及滑移的阻碍作用要大 于等轴状 α<sub>p</sub>。因此,等轴状 α<sub>p</sub>能够大幅提高合金的塑 性,而强度略微降低<sup>[12,13]</sup>;当固溶时间达到48h时显 微组织发生了明显的变化, $\alpha_p$ 的含量显著降低导致 $\alpha_p$ 分布非常稀疏,  $\beta$  基体中析出的  $\alpha_{s}$ 长度明显增大。 $\alpha_{p}$ 的尺寸适量增大能够有效的提高材料的塑性而较少损 失强度;在调控 $\alpha_p$ 形态的同时也要考虑其对原始 $\beta$ 晶 界的强化及其对 as析出的影响。

Table	2 T	ensile proper	ties of alloys solution	treated at 770	°C
	表 2	合金经 770	℃固溶不同保温时间	」的拉伸性能	

for	different	holding	time
-----	-----------	---------	------

		0		
Solution time/h	$\sigma_{\scriptscriptstyle 0.2}$ /	$\sigma_{ m s}/$	$\delta/$	$\psi/$
Solution time/ii	MPa	MPa	%	%
1	1238	1316	10	31
5	1214	1284	13	36
15	1212	1280	14	30
48	1185	1265	14	28

## 3 结 论

 1)随着固溶时间增加,Ti-5553 合金显微组织中 α<sub>p</sub>比例减小、长宽比减小,位错运动阻力减小,进而 导致合金强度降低、塑性提高。

 2)晶内 α<sub>p</sub>等轴化过程主要依据最小界面能原理, 随等轴化程度增加晶内 α<sub>p</sub>由大量的平行排列逐渐转 变为随机排列。

3)  $\alpha_p$  粗化的同时在热缺陷处形成缺口,并沿缺口 断裂,断裂后的 GB  $\alpha_p$  仍有晶界彼此相连且取向保持 一致,而晶内  $\alpha_p$  脱离后会相对独立的,且 GB  $\alpha_p$  较晶 内  $\alpha_p$  更易断裂。

#### 参考文献 References

- Kasemer M, Echlin M, Stinville J et al. Acta Materialia[J], 2017, 136: 288
- [2] Zhao Yong(赵 勇), Zhang Yihong(张一宏). New Technology & New Process(新技术新工艺)[J], 2016(5): 94
- [3] Li Shujian, Zhan Lihua, Chen Rong et al. Rare Metal Materials and Engineering[J], 2016, 45(9): 2282
- [4] Raupach M R, Marland G, Ciais P et al. Proceedings of the National Academy of Sciences[J], 2007, 104(24): 10 288
- [5] Boyer R R, Briggs R D. Journal of Materials Engineering and Performance[J], 2005, 14(6): 681
- [6] Weiss I, Semiatin S L. Materials Science and Engineering A[J], 1998, 243(1-2): 46
- [7] Stefansson N, Semiatin S L. Metallurgical and Materials Transactions A[J], 2003, 34(3): 691
- [8] Banerjee D, Williams J C. Acta Materialia[J], 2013, 61(3): 844

#### Effect of Solution Time on Microstructures and Mechanical Properties of Ti-5553 Alloy

Zhang Ruixue<sup>1,2</sup>, Ma Yingjie<sup>2</sup>, Huang Sensen<sup>1,2</sup>, Lei Jiafeng<sup>2</sup>, Wang Ping<sup>1</sup>, Yang Rui<sup>2</sup>

(1. Northeastern University, Shenyang 110819, China)

(2. Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

**Abstract:** The effects of varied solution time on the microstructures and tensile properties in  $\alpha+\beta$  phase field of Ti-5553 alloy were studied. The volume fraction and Feret ratio distribution of primary  $\alpha$  ( $\alpha_p$ ) with varied solution time were emphatically analyzed. The microstructures of Ti-5553 alloy were observed by SEM. The orientation evolution of grain boundary primary  $\alpha$  and intragranular  $\alpha$  phase during solution was characterized by EBSD technique. The tensile properties were tested by an electronic universal testing machine. The results show that the volume fraction of  $\alpha_p$  decreases with the extension of solution time; meanwhile, the equiaxation and coarsening of  $\alpha_p$  decrease the resistance to dislocation movement, which result in the decrease of strength and the increase of plasticity. The grain boundary  $\alpha_p$  is truncated in the form of "hot trench" during solution process; however the truncated grain boundary  $\alpha_p$  maintains the same orientation.

Key words: Ti-5553; primary  $\alpha$ ; microstructures; tensile properties

- [9] Wang Chen(王 琛), Xu Dong(徐 栋), Chen Li(陈 力). *Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2018, 43(9): 186
- [10] Semiatin S L, Knisley S L, Fagin P N et al. Metallurgical and Materials Transactions A[J], 2003, 34(10): 2377
- [11] Wang Qingjiang(王清江), Liu Jianrong(刘建荣), Yang Rui(杨锐). Journal of Aeronautical Material(航空材料学 报)[J], 2014, 34(4): 1
- [12] Fan J, Li J, Kou H et al. Materials Characterization[J], 2014, 96: 93
- [13] Fan J, Li J, Kou H et al. Materials & Design[J], 2015, 83:499
- [14] Wain N, Hao X J, Ravi G A et al. Materials Science and Engineering A[J], 2010, 527(29-30): 7673
- [15] Warchomicka F, Poletti C, Stockinger M. Materials Science and Engineering A[J], 2011, 528(28): 8277
- [16] Ren L, Xiao W, Chang H et al. Materials Science and Engineering A[J], 2018, 711: 553
- [17] Wang S, Huang L J, Zhang R et al. Scripta Materialia[J], 2019, 170: 161
- [18] Gao X, Zeng W, Zhang S et al. Acta Materialia[J], 2017, 122: 298
- [19] Huang S, Zhang J, Ma Y et al. Journal of Alloys and Compounds[J], 2019, 791: 575
- [20] Nag S, Banerjee R, Hwang J Y et al. Philosophical Magazine[J], 2009, 89(6): 535
- [21] Fan X, Yang H, Yan S et al. Journal of Alloys and Compounds[J], 2012, 533: 1
- [22] Qin D, Lu Y, Guo D et al. Materials Science and Engineering A[J], 2013, 587: 100

Corresponding author: Ma Yingjie, Ph. D., Associate Professor, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, P. R. China, Tel: 0086-24-83978025, E-mail: yjma@imr.ac.cn