三重热处理对 TC21 合金超塑性变形后组织的影响

朱深亮,董洪波,张贵华,刘 诚,余新平

(南昌航空大学, 江西 南昌 330063)

摘 要:对 TC21 钛合金进行超塑性拉伸和三重热处理试验,研究了三重热处理对 TC21 钛合金超塑性拉伸后组织的影响。结果表明,TC21 钛合金在超塑性变形过程中发生明显的动态再结晶, α 相含量随着变形温度的升高而减少,并发生 $\alpha \rightarrow \beta$ 转变:TC21 钛合金超塑性变形后经 β 相区固溶第一重热处理获得单相 β 组织,随后在 $(\alpha + \beta)$ 相区进行一次高温时效和一次低温时效,使细小针状 α 相在 β 基体中析出,得到网篮组织。针状 α 相含量随着变形温度和第二重温度的升高而增多, α 晶粒长大并相互交织,网篮组织编织明显。

关键词: TC21 合金; 超塑性拉伸; 三重热处理; 网篮组织

中图法分类号: TG166.5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2016)10-2659-05

随着航空技术的发展,对飞机性能要求的不断提高,航空器结构件设计概念由以前单纯静强度转变到现代的损伤容限设计准则,作为航空关键结构件材料的钛合金也逐渐向高损伤容限型方向发展^[1,2]。TC21 是由我国西北有色金属研究院研制的一种 α+β 型高强、高韧、损伤容限型钛合金^[3]。目前国内已经对 TC21 钛合金的热处理工艺、组织及性能等方面开展了研究^[4-7],在超塑性方面主要专注于变形温度、变形速率对材料延伸率和显微组织的影响^[8-10],而超塑性成形后的较粗大组织能否通过适当的热处理得到强韧性能优良的组织,及其热处理过程的组织演变规律还缺乏深入研究。

研究表明 $^{[11]}$,高损伤容限性能的高强度钛合金显微组织应呈现为网篮组织状。凌志伟 $^{[12]}$ 等人研究了双重退火对 12 TC21 超塑性拉伸后组织的影响,结果表明 12 中 12 相区双重退火处理可以使 12 TC21 钛合金在准 12 区超塑变形后的组织得到网篮组织,但 12 本中 相区双重退火处理未能使 12 TC21 钛合金在两相区超塑变形后的组织得到网篮组织,但 12 和区双重退火处理未能使 12 TC21 钛合金最佳超塑性变形温度区间恰好处在两相区 12 (12 Sc)。三重热处理是目前国内外都在探索研究的一种提高材料断裂韧性、疲劳裂纹扩展抗力和蠕变抗力的热处理工艺 12 和实验将研究三重热处理对 12 TC21 钛合金超塑性变形后的组织的影响,以期改善 12 TC21 钛合金超塑性变形后的组织。

1 实验

试验 TC21 钛合金原材料为轧制棒料。原始组织

如图 1 所示,为约含 40%的 α 相等轴组织, α 相晶粒平均尺寸约 15 μ m,利用金相法测得其相变点为 (950±5) \mathbb{C} 。超塑性拉伸试验在 SANS-CMT4104 型微机控制的电子万能材料试验机上进行,横梁移动速度在 0.001~500 mm/min 连续可调。试验采用标距为 15 mm,直径为 5 mm 的标准试样。通过电阻炉加热保温,并在其表面涂上 Ti-1 防护液防止高温变形时发生氧化。采用不同变形温度下恒应变速率法进行拉伸试验 [12],应变速率恒为 $3.3 \times 10^{-4} \, \mathrm{s}^{-1}$,变形温度分别为 880,900,920,940 \mathbb{C} 。试样拉断后取出水冷,切取拉伸试样断口附近变形较均匀处进行三重热处理。试验方案见表1。试样经热处理后粗磨、细磨及抛光制成金相试样,腐蚀剂体积比为 HF:HNO3:H₂O=1:3:7,将其腐蚀后洗净和风干采用 XJP-6A 光学显微镜和 Quanta 200 扫描电镜观察显微组织结构。

2 结果与分析

2.1 TC21 钛合金超塑性变形后的组织

TC21 钛合金在 880~920 ℃两相区有较好的超塑性,延伸率均高于 300%,TC21 钛合金超塑性拉伸的延伸率见表 2。随着变形温度升高,TC21 合金延伸率减小,这是由于变形温度升高, α 相含量显著减少, β 晶粒开始长大,使得 TC21 合金超塑性能降低^[8]。TC21 钛合金在超塑性变形后的显微组织如图 2 所示。由图 2 可知,TC21 钛合金在超塑性变形过程中发生了明显的动态再结晶,当变形温度为 880 和 900 ℃时,

收稿日期: 2015-10-23

基金项目: 国家自然科学基金 (51164029); 航空科学基金 (2010ZE56016)

作者简介: 朱深亮, 男, 1990年生, 硕士生, 南昌航空大学航空制造工程学院, 江西 南昌 330063, E-mail: 380418167@qq.com

2660稀有金属材料与工程第 45 卷

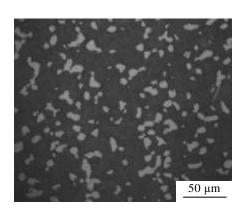


图 1 TC21 原始组织

Fig.1 Original microstructure of TC21

表 1 TC21 钛合金拉伸及热处理方案

Table 1 Tension test and heat treatment scheme of TC21 alloy

Deformation condition		Heat treatment parameters	
0.00033 s ⁻¹	900 ℃	970 °C/1 h AC 970 °C/1 h AC+930 °C/1 h AC 970 °C/1 h AC+930 °C/1 h AC + 590 °C/4 h AC	
0.00033 s ⁻¹	880 ℃ 900 ℃ 920 ℃ 940 ℃	970 °C/1 h AC+900 °C/1 h AC+ 590 °C/4 h AC 970 °C/1 h AC+930 °C/1 h AC+ 590 °C/4 h AC	

表 2 TC21 钛合金的延伸率

Table 2 Elongation of TC21 alloy

No.	Deformation temperature/ $^{\circ}$ C	Elongation, δ /%
1	880	408.60
2	900	323.13
3	920	311.80
4	940	188.13

TC21 合金发生动态再结晶较明显,可观察到新生成的细小晶粒和已形核长大相互吞并的较大晶粒(如图 2a、2b);当变形温度升高到 920 ℃时, α 相含量显著减小, α 相开始向 β 相发生转变,可观察到少量的 β 转变组织;当变形温度为 940 ℃时,因靠近相变温度,大部分 α 相向 β 相发生转变, β 转变组织增多,部分 β 晶界开始形成,粗大的组织不利于 TC21 钛合金的塑性,其延伸率低(188.13%)。

2.2 三重热处理对 TC21 合金组织影响

TC21 钛合金在 900 \mathbb{C} 超塑性拉伸变形后,经过第一重热处理: 970 \mathbb{C} 固溶保温 1 h 后空冷,得到单相等轴 β 晶粒,在 β 晶粒内有少量细小 α 相析出,如图 3a 所示。超塑性拉伸后的 TC21 合金的第一重热处理为 β 相区固溶处理,所获得的 β 基体的稳定性较小,为随后的时效过程中的分解提供更大的驱动力 $\mathbb{C}^{[15]}$ 。

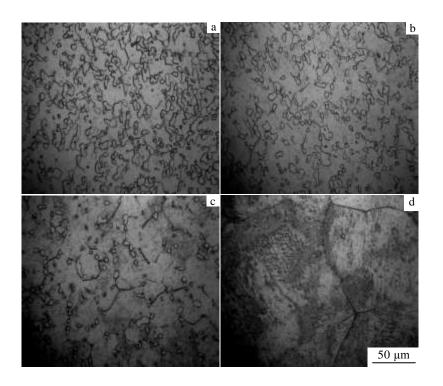


图 2 TC21 合金不同温度超塑性变形组织

Fig.2 Microstructures of TC21 alloy after superplastic deformation at different temperatures: (a) 880 $^{\circ}$ C, (b) 900 $^{\circ}$ C, (c) 920 $^{\circ}$ C, and (d) 940 $^{\circ}$ C

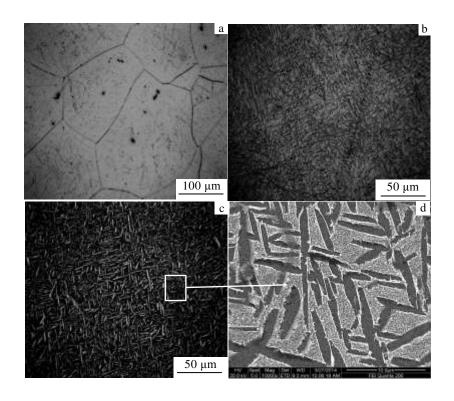


图 3 TC21 合金三重热处理过程的显微组织

Fig.3 TC21 alloy microstructure during triple heat treatment: (a) 970 °C/1 h AC, (b) 970 °C/1 h AC+900 °C/1 h AC, (c) 970 °C/1 h AC+900 °C/1 h AC+590 °C/4 hAC, and (d) 970 °C/1 h AC+590 °C/4 hAC(SEM)

TC21 钛合金再经第二重热处理 900 $^{\circ}$ C/1 h AC 高温时效后,在 β 晶粒内析出许多细小 α 相片层组织,如图 3b 所示。随后细小片层 α 相经第三重热处理 590 $^{\circ}$ C/4 h AC 低温时效后, α 晶粒有所长大,呈针状(图 3c)。同时, β 基体有更细小的二次生 α 相析出,转变为 β 转变组织,如图 3d 组织照片所示。TC21 合金超塑性变形后经一次 β 相区固溶处理和 $\alpha+\beta$ 相区一次高温时效和一次低温时效使得针状 α 相在黑色 β 基体中散乱析出,呈现为网篮组织(图 3c),但由于针状 α 相较小,编织程度较低,网篮组织不明显。

2.3 三重热处理对不同变形温度 TC21 合金组织的影响

TC21 钛合金经过 880, 900, 920 和 940 $^{\circ}$ C超塑性 拉伸后,再经过 970 $^{\circ}$ $^{\circ}$ / 1 h AC+900 $^{\circ}$ / 2/1 h AC+590 $^{\circ}$ / 4 h AC 和 970 $^{\circ}$ / 2/1 h AC+930 $^{\circ}$ / 2/1 h AC+590 $^{\circ}$ / 4 h AC 两种不同三重热处理工艺得到的显微组织如图 4 所示。图 4a~4d 为 TC21 合金在不同温度超塑性变形后经 970 $^{\circ}$ / 2/1 h AC+900 $^{\circ}$ / 2/1 h AC+590 $^{\circ}$ / 4 h AC 热处理后的组织。变形温度对三重热处理后的组织有影响:当变形温度在两相区较低温度时(880 $^{\circ}$),三重热处理后析出的针状 $^{\circ}$ 相含量较少,分布较稀疏,针

状 α 相交织程度较低,网篮组织不明显(图 4a);随着变形温度升高,TC21 合金经三重热处理后析出的针状 α 相含量增多,尺寸增大,针状 α 相相互交织明显。这是因为随着变形温度升高, α 相发生相转变生成的 β 转变组织增多,则三重热处理时由 β 转变组织析出的针状 α 相含量也增多。

三重热处理的第二重温度对析出的针状 α 相尺寸有影响: 当三重热处理的第二重温度由 880 \mathbb{C} 提高到 900 \mathbb{C} ,析出的针状 α 相尺寸变大,并相互交织,大大改善了网篮组织的编织程度,如图 $4e\sim4f$ 所示。这是因为第二重热处理为 $\alpha+\beta$ 高温时效,为 β 转变组织中的次生 α 相的形核长大提供了条件 [16]。当温度升高,溶质原子扩散速率增加,有利于次生 α 的长大,而且温度升高,次生 α 相获得的能量较大。所以提高第二重热处理温度相区后得到的 α 相厚度增加,针状更加明显,有利于提高断裂韧性 [17,18],但较粗大的 α 相会使合金强度在一定程度降低。由图 4 可以看出,TC21 钛合金在 $900\mathbb{C}$ 、 $920\mathbb{C}$ 超塑性变形,经 $970\mathbb{C}$ /1 h AC+930 \mathbb{C} /1 h AC+590 \mathbb{C} /4 h AC 热处理后可获得粗细大小适当,编织较好的网篮组织。

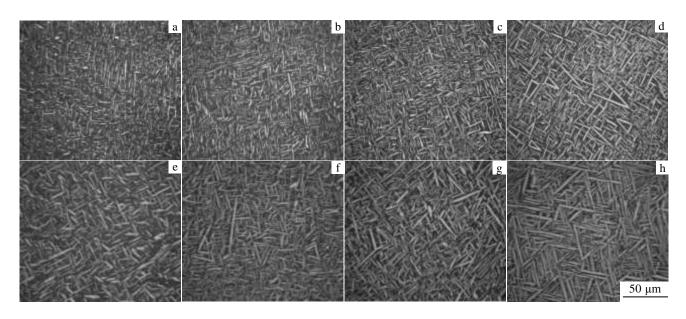


图 4 TC21 合金经超塑变形及三重热处理后的显微组织

Fig.4 Microstructure of TC21 alloy after superplastic deformation and triple heat treatment: (a~d) 970 °C/1 h AC+900 °C/1 h AC+900 °C/1 h AC+590 °C/4 h AC; (a, e) deformed at 880 °C; (b, f) deformed at 900 °C; (c, g) deformed at 920 °C; (d, h) deformed at 940 °C

3 结 论

- 1) TC21 钛合金在超塑性变形过程中,发生了明显的动态再结晶, α 相随着变形温度的升高而减少,并发生 $\alpha \rightarrow \beta$ 转变,当接近相变温度时,大部分 α 相向 β 相转变, β 转变组织增多。
- 2) TC21 钛合金超塑性变形后,经一次 β 相区固溶处理可得稳定性较小的 β 基体,随后进行 $\alpha+\beta$ 相区的一次高温时效和一次低温时效,可以使细小针状 α 相在 β 基体中析出,形成网篮组织。
- 3) TC21 钛合金超塑性变形后经过三重热处理可以获得编织程度不同的网篮组织。随着变形温度和第二重热处理温度升高,析出的针状 α 相含量增多,尺寸增大,网篮组织编织明显。TC21 钛合金超塑性变形后较好的三重热处理工艺为: 970 $^{\circ}$ C/1 h AC+930 $^{\circ}$ C/1 h AC

参考文献 References

- [1] Zhao Yongqing(赵永庆), Qu Henglei(曲恒磊), Feng Liang(冯 亮) et al. Titanium Industry Progress(钛工业进展)[J], 2004, 21(1): 22
- [2] Boyer P R. Materials Science and Engineering A[J], 1996, 213(1~2): 103
- [3] Qu Heng1ei(曲恒磊), Zhou Yigang(周义刚), Zhou Lian(周廉) et al. Materials Review(材料导报)[J], 2005, 19(2): 94
- [4] Fei Yuhuan(费玉环), Zhou Lian(周 廉), Qu Henglei(曲恒磊) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与

工程)[J], 2007, 36(11): 1928

- [5] Zhu Zhishou(朱知寿), Wang Xinnan(王新南), Tong Lu(童 路) et al. Titanium Industry Progress(钛工业进展) [J], 2006, 23 (6): 24
- [6] Wang Xiaochen(王晓晨), Guo Hongzhen(郭鸿镇), Wang Tao(王 涛) et al. Journal of Aeronautical Materials(航空材料学报)[J], 2012, 32 (1): 5
- [7] Shao Hui(邵 晖), Zhao Yongqing(赵永庆), Ge Peng(葛 鹏) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J], 2012, 41(5): 1932
- [8] Guo Hongzhen(郭鸿镇), Zbang Wei(张 维), Zhao Zhanglong (赵张龙) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2005, 32(12): 1935
- [9] Zhao Zhanglong(赵张龙), Guo Hongzhen(郭鸿镇), Yao Zekun(姚泽坤) et al. Hot Working Technology(热加工工艺)[J], 2013, 42(6): 48
- [10] Zhang Xiaoyuan(张晓园), Shi Xiaoyun(史小云), Du Yuxuan (杜予暄) et al. Hot Working Technology(热加工工艺)[J], 2007, 36(8): 28
- [11] Zhu Zhishou(朱知寿), Wang Qingru(王庆如), Zheng Yongling(郑永灵) et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报)[J], 2004, 14(S3): 13
- [12] Ling Zhiwei(凌志伟), Dong Hongbo(董洪波), Wang Zhilu (王志录). *Special Casting & Nonferrous Alloys*(特种铸造及有色合金)[J], 2013, 33(4): 381
- [13] Wang Yong(王 永), Lu Bin(卢 斌), Zhang Jun(张 钧).

- Chinese Journal of Materials Research(材料研究学报)[J], 2010, 24(3): 283
- [14] Liu Yong, Zhu Jingchuan. *Mechanics of Materials*[J], 2008, 40(10): 792
- [15] Liu Dongsheng(刘东升). The Heat Treatment and Phase Transformation of a High Strength and High Toughness Titanium Alloy(高强韧钛合金的热处理工艺及相变行为研究)[D]. Beijing: Tsinghua University, 2005: 42
- [16] Wang Yong(王 永). The Heat Treatment and Phase Transformation of a High Temperature and High Strength Titanium Alloy(高温高强钛合金的热处理工艺及相变行为)[D]. Shenyang: Shenyang University, 2008: 47
- [17] Wood J R, Russo P A, Welter M F et al. Materials Science and Engineering A[J], 1998, 243: 109
- [18] Shi Zhifeng, Guo Hongzhen, Han Jinyang et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China[J], 2013, 23(10): 2882

Effects of Triple Heat Treatment on Superplastic Tensile Microstructure of TC21 Alloy

Zhu Shenliang, Dong Hongbo, Zhang Guihua, Liu Cheng, Yu Xinping (Nanchang Hangkong University, Nanchang 330063, China)

Abstract: After superplastic tensile deformation and triple heat treatment, the effects of triple heat treatment on superplastic tensile microstructure of TC21 titanium alloy were investigated. The results show that obvious dynamic recrystallization occurs in the process of superplastic deformation. The α phase content decreases with the increase of the deformation temperature and $\alpha \rightarrow \beta$ phase transition starts. After superplastic deformation and β solid solution heat treatment for the first time, TC21 titanium alloy obtains single-phase β structure. Through high temperature aging and low temperature aging in the $(\alpha + \beta)$ phase region, fine acicular α phase precipitates in β matrix, and TC21 alloy obtains baskets structure. Acicular α phase content increases with the increase of deformation temperature and the second heat treatment temperature. At the same time, acicular α phase content increases, and α grains grow up and intertwine, resulting in marked basketweave microstructure.

Key words: TC21 titanium alloys; superplastic tensile forming; triple heat treatment; basketweave microstructure

Corresponding author: Dong Hongbo, Professor, School of Aeronautical Manufacturing Engineering, Nanchang Hangkong University, Nanchang 330063, P. R. China, E-mail: donghbo@nchu.edu.cn