

高温形变热处理对 Ti-1300 合金组织及硬度的影响

卢金文^{1,2}, 葛鹏², 赵永庆^{1,2}, 李磊², 李倩², 周伟²

(1. 东北大学, 辽宁 沈阳 110819)

(2. 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

摘要: 采用光学显微镜、扫描电子显微镜、Gleeble-3800 热模拟试验机以及 IMVS-1000JMT2 数显维氏显微硬度仪研究了等温变形条件下形变热处理对 Ti-1300 合金组织及硬度性能的影响。结果表明: 高温形变热处理可以明显的细化 Ti-1300 合金的显微组织, 并在一定程度上提高合金的力学性能。热轧态合金的组织中粗大块状和长条状 α 相经高温压缩变形后具有明显的等轴均匀化趋势, 然后分别经过淬火时效和固溶时效处理后合金的组织主要由板条状初生 α 相, 针状次生 α 相以及 β 相组成, 初生 α 相和次生 α 相主要分布于晶界和 β 基体上。与淬火时效态相比, 固溶时效态合金的硬度随初生 α 相板条厚度和含量的增加而降低, 最后对影响的机理进行探讨和分析。

关键词: 钛合金; 高温形变热处理; 显微组织; 硬度

中图分类号: TG146.2*3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2015)03-0676-05

Ti-1300 合金是一种具有良好的加工性和高淬透性的近 β 钛合金^[1], 合金的 β 稳定系数 $K_\beta=1.25$, 钼当量 $[Mo]=13.5$, 合金在满足高强高韧性能的同时也具有优异的塑性, 满足航空材料的高结构效益和高可靠性的使用要求^[2,3]。近 β 钛合金一般都具有较复杂的显微组织, 可以通过控制和调整加工工艺和热处理制度使合金具有理想的显微组织结构, 从而满足不同行业的工业需求^[4,5]。

形变热处理是一种将塑性变形和热处理工艺结合在一起的合金强化方法, 可以有效的细化合金的晶粒, 增加位错密度, 降低时效析出相的尺寸, 从而提高钛合金的疲劳强度和热强度, 以及改善合金在一定温度范围内的持久强度和抗腐蚀性能^[4-8]。朱景川^[9]和王斌^[10]等研究了形变热处理对 TA15 合金显微组织细化的机理, $\alpha+\beta$ 两相区的形变热处理使合金组织中条状 α 相破碎而发生球化, 从而细化合金的显微组织, 在一定程度上改善合金的综合力学性能。F. C. Ma^[11]等研究了近 α 合金 Ti-1100 在形变热处理过程中的组织演变, 不同的形变过程(单相区, 两相区和相变点附近变形)导致合金的不同组织演变特征, 实现对合金显微组织的有效控制。T. Furuhashi^[12]等研究了在形变热处理过程中对近 β 合金 Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al 显微组织的调节, 优化合金强度与塑性的平衡。本工作主要研究了在等温变形条件下形变热处理对 Ti-1300 合金显微组

织及硬度性能的影响, 探讨了形变程度、形变温度以及不同的热处理制度与合金组织性能的关系, 从而优化 Ti-1300 合金的形变热处理工艺。

1 实验

试验所用 Ti-1300 合金采用 3 次真空自耗电弧炉熔炼, 然后经 β 相区开坯锻造, $\alpha+\beta$ 两相区热轧得到 $\Phi 11$ 的合金棒材。合金的 β 稳定系数 $K_\beta=1.25$, 钼当量 $[Mo]=13.5$, 属于近 β 钛合金。图 1 为 Ti-1300 合金轧制态原始组织, 合金的显微组织比较粗大、分布不均匀, 相组成为等轴的 α 相(白色基体)和 β 相(黑色), 存在由于成分偏析或组织偏析所导致的粗大块状和长条状 α 相。采用金相法测得该合金的 β 转变温度范围为 830~840 °C。采用线切割的方式从合金棒材上切去若干尺寸为 $\Phi 8 \text{ mm} \times 12 \text{ mm}$ 的试样, 高温变形实验在 Gleeble-3800 热模拟试验机上进行。将试样以 7 °C/s 的加热速率升高到试验温度, 保温 3 min, 然后以 1 mm/s 的速度进行变形, 形变温度为 790、830 和 870 °C, 变形量分别为 30%和 50%, 接着对高温压缩变形后的 Ti-1300 合金分别进行 2 种不同方式的热处理: (1) 淬火时效处理: 750 °C/1 h WQ+500 °C/6 h AC; (2) 固溶时效处理: 750 °C/1 h AC+500 °C/6 h AC。

最后分别对轧制态、高温压缩变形态、淬火时效态和固溶时效态的 Ti-1300 合金进行微观组织分析和硬

收稿日期: 2014-03-15

基金项目: 陕西省重点科技创新团队计划(2012KCT-23); 陕西省科技统筹创新工程项目(2012KCTG04-04)

作者简介: 卢金文, 男, 1984 年生, 博士生, 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016, 电话: 029-86231078, E-mail: lujwen@163.com

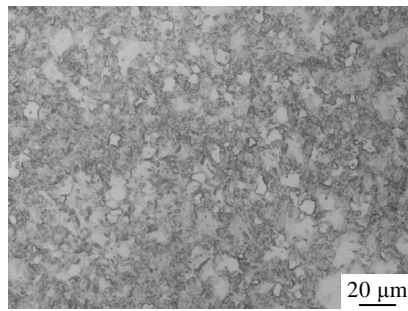


图1 Ti-1300 合金热轧态原始组织

Fig.1 Microstructures of Ti-1300 alloy after hot rolling

度性能测试, 并对其组织与性能的变化规律进行讨论。

合金试样沿压缩轴平行的方向对半剖开经抛光、腐蚀后用 OLYMPUSPMG3 倒置式金相显微镜和 JMS6700 扫描电镜进行显微组织形貌的观察。采用 Image-pro-plus 图像软件对合金试样组织形貌中的析出相的尺寸、面积和分布进行统计分析, 析出相尺寸的统计必须保证每个试样有若干视场, 且每个试样的观察视场必须保证析出相分布均匀。用 IMVS- 1000JMT2 数显维氏显微硬度仪对合金试样进行硬度测试。

2 结果与讨论

2.1 高温变形对合金显微组织的影响

图2为经不同温度压缩变形后的 Ti-1300 合金的显微组织照片。790、830 和 870 °C 分别对应 Ti-1300 合金的常规锻造、近 β 锻造和 β 锻造温度。从图 2a 可以发现, 经 790 °C 高温压缩变形后, Ti-1300 合金的基体上比较均匀的分布着等轴状 β 相, 由于形变作用以及高温压缩变形温度未达到合金的相转变温度, α 相被破碎后一部分呈等轴状保留下来。另外合金可能发生的部分动态再结晶也导致出现细小的等轴 α 相。从图 2b 和 2c 可知, 当合金的高温形变温度接近或高于 β 相转变温度时, 合金主要由拉长的等轴 β 原始晶粒组成, 原始 β 晶界未被有效破碎, 有少量球状 α 相在 β 晶界处析出。由于 Ti-1300 合金是一种多元化的合金, 合金中各元素的不均匀扩散, 内吸附作用引起的成分偏析以及高温变形过程导致应力集中的晶界处 α 相再结晶晶化而析出。文献[13,14]认为合金组织中晶界处的原子排列特别不规则, 储存能比晶界内组织高, 由于各合金元素原子与合金基体的不一致性而使晶粒内部产生点阵畸变, 但在晶界和亚晶界处各合金元素容易达到平衡, 使合金的应变能降低。因此, 一些元素扩散到晶界和亚晶界处, 而部分元素则从晶界处扩散到晶粒内部。在试验过程中, Ti-1300 合金中

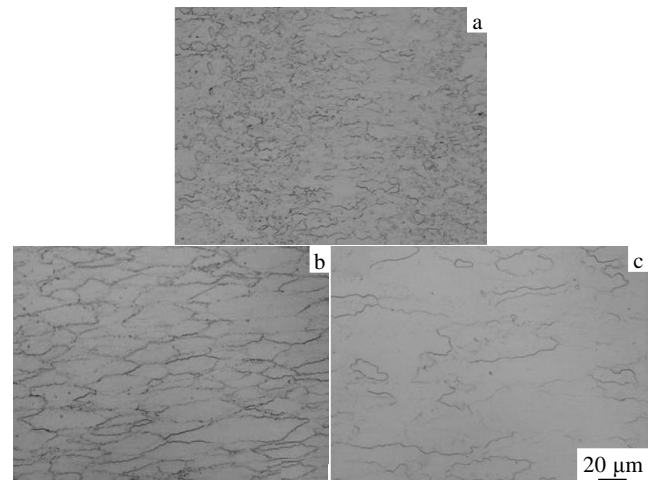


图2 不同形变温度变形后 Ti-1300 合金的显微组织

Fig.2 Microstructure of Ti-1300 alloy after deformation at different temperatures: (a) 790 °C, (b) 830 °C, and (c) 870 °C

Al 元素等趋向分布并聚集在晶界处, 而 Mo 等其它 β 稳定化元素无限溶解于 β 相, 在随后的变形和热处理过程中 α 相在 α 稳定化元素区域形核并长大, 最终形成大尺寸的块状 α 相。

随着形变温度的升高, 合金组织中 α 相发生了 $\alpha \rightarrow \beta$ 的相转变, 使 α 相的含量降低, β 原始组织增加, 这与单向热压缩组织演变规律相一致^[15,16]。较高的变形温度为相变提供了更多的驱动能量, 使 α 的相界扩散能力增强, 有机会吞并附近细小的 α 晶粒, 从而使得 α 相晶粒数量减少, 转变为 β 相, 剩余的 α 相晶粒较小, 大多分布在 β 晶界上。 α 相含量的减少会减弱对 β 相晶粒长大的阻碍作用, 使 β 相晶粒粗化, 另外温度的升高也加快了晶粒生长。

Ti-1300 合金高温压缩变形时随变形温度变化所获得的真应力-真应变曲线如图3所示。可以发现: 真应力随真应变的增加在出现峰值前呈直线关系而快速增大; 在相同的应变速率下, 应力峰值随变形温度的升高而下降; 在实验条件下, 真应力达到流变应力峰值后随真应变的增大先保持基本不变, 然后快速降低, 应力-应变曲线基本为动态回复稳态型曲线; 在相同的应变速率下, 随应变速率的升高, 真应力-真应变曲线逐渐变得复杂曲折。在压缩变形过程中, 一方面形变过程使组织中位错不断增殖和累计, 从而使合金的变形抗力也不断增大; 另一方面热激活使组织中的位错偶对消以及形成的亚晶发生动态回复或动态再结晶。变形初期, 形变硬化产生了大量位错, 流变应力随应变量的增加而迅速上升; 随应变量的继续增加, 流变曲线上升的趋势开始减弱, 应变变量达到动态再结晶发

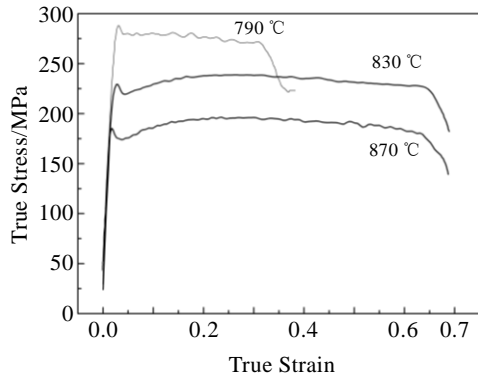


图 3 Ti-1300 合金不同温度下高温变形时的真应力-真应变曲线

Fig.3 True stress-true strain curves for Ti-1300 alloy at different deformation temperatures

生的临界条件，动态软化效果开始抵消形变硬化产生的部分位错；接着随应变量的增加，动态再结晶的软化和形变硬化保持动态平衡，真应力出现峰值；最后当应变量大于峰值继续变形时，动态回复或动态再结晶软化效果超过了形变硬化，动态再结晶的软化效应逐渐增强，真应力随真应变的增加而逐渐降低或保持基本不变。

图 4 和图 5 分别为不同形变量下压缩温度分别为 790 和 870 °C 时 Ti-1300 合金的显微组织照片。变形温度为 790 °C，合金的组织由球状 α 相和 β 基体组成；而当变形温度为 870 °C 时，合金的组织都由等轴或拉长的 β 相晶粒组成。随着变形程度的增加，部分块状 α 相和等轴 β 晶粒被球化、压扁和拉长，而另外一部分 β 晶粒的晶界被有效破碎，晶粒逐渐得到细化， α 相的尺寸减小。当合金的形变量为 50% 时，动态再结晶晶粒优先出现在变形晶粒的交叉处和晶界上，原始晶粒沿变形方向拉长的程度较大，晶界处细小的新晶粒逐渐增多，组织没有完成动态再结晶过程，而是处于部分动态再结晶过程。因此，形变量的增加可以细

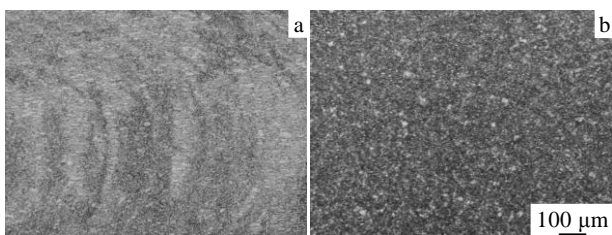


图 4 不同形变量条件下压缩温度为 790 °C 时 Ti-1300 合金的显微组织

Fig.4 Microstructure of Ti-1300 alloy after 790 °C deformation of 30% (a) and 50% (b)

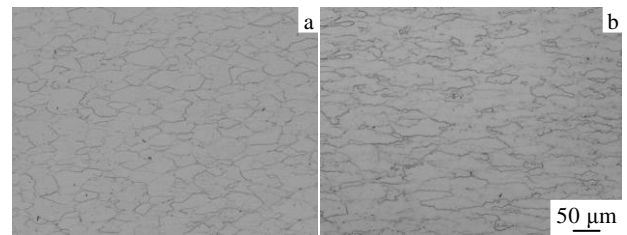


图 5 不同形变量条件下压缩温度为 870 °C 时 Ti-1300 合金的显微组织

Fig.5 Microstructure of Ti-1300 alloy after 870 °C deformation of 30% (a) and 50% (b)

化合金的组织，从而在随后的热处理中有效的控制 α 相的形态及晶粒尺寸。

2.2 淬火时效和固溶时效对合金显微组织的影响

图 6 为 Ti-1300 合金经 870 °C 压缩变形后再分别进行淬火时效和固溶时效处理后的显微组织照片。经形变热处理后的 Ti-1300 合金组织中的 α 相的形貌和含量都发生了变化，初生 α 相 (α_p) 主要以板条状形式存在，而次生 α 相 (α_s) 以细针状分布在 β 基体上，另外 α 相的含量也显著增加。因此，淬火时效态和固溶时效态合金的组织都主要由板条状 α_p 相，针状 α_s 相以及 β 相组成。在高温变形过程中由于形变速率较快，动态再结晶只发生在合金组织中的部分区域，加上随后的淬火处理直接导致了合金的再结晶晶粒没有足够的时间长大，因此高温压缩变形态的 Ti-1300 合金的组织中存在少量小尺寸的 α 相以及大量的位错和亚晶等。然而在淬火时效和固溶时效过程中由形变过程所累积的应变能和点阵畸变能充分获得释放，为已形核的再结晶晶粒长大提供驱动力，从而使 α 相发生静态再结晶， α 相的含量也迅速增加。表 1 为淬火时效和固溶时效态 Ti-1300 合金中 α_p 相显微组织特征。

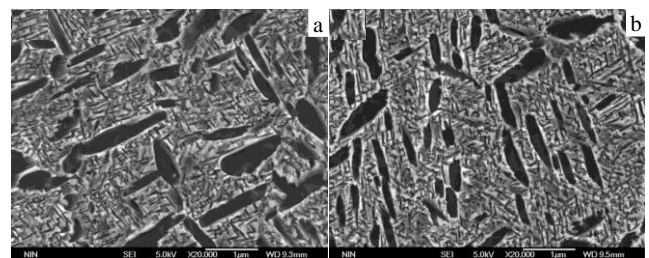


图 6 Ti-1300 合金 870 °C 压缩变形后不同热处理制度下的显微组织

Fig.6 SEM images of Ti-1300 alloy after 870 °C deformation followed by different heat treatment: (a) solution and aging; (b) quenching and aging

表1 Ti-1300 合金 870 °C 压缩变形后不同热处理制度下显微组织中 α_p 相的形貌特征

Table 1 Morphology parameter of α_p phase of Ti-1300 alloy after 870 °C deformation followed by different treatment

Progress	Content/ %	Mean width/ μm	Length-width ratio
Solution and aging	24.84	0.1895	2.89
Quenching and aging	19.95	0.1409	3.12

可以发现淬火时效态合金组织中条状 α_p 相的含量以及 α_p 板条厚度与固溶时效态相比都要小, 而 α_p 相的长宽比却比固溶时效态有所增大, 这是由于淬火时效过程中多了一次水淬, 已形核的 α 相由于冷却速度过快而没有充分的时间形核长大。

2.3 高温形变热处理对合金显微硬度的影响

图7为不同状态下 Ti-1300 合金的显微硬度。从图7可以发现轧制态 Ti-1300 合金的硬度都高于变形态合金的硬度, 变形态合金的硬度随变形温度的升高略有降低, 淬火时效态和固溶时效态合金的显微硬度分别达到 4454.5 和 4368.5 MPa, 与高温压缩变形态相比, 分别提高 49.06% 和 46.19%。由于 α_p 的形貌和含量的不同导致了淬火时效态合金的硬度高于固溶时效态, 淬火时效处理后的合金组织中 α_p 的尺寸较小 (板条厚度), 而且分布不均匀, 不能有效的抑制 α_s 相的析出和长大, 从而使合金的硬度由于 α_s 相含量的增加而提高, 塑性也相应的降低。

形变热处理强化的主要原因是抑制再结晶和增加缺陷密度, 并且在水冷后获得较多的过饱和固溶体。由于形变速率较快以及形变的时间较短使合金组织中动态再结晶未能充分进行, 导致形变结束时在晶粒内部所保留较多缠结排列的位错以及细小的亚结构等其它晶体缺陷, 从而在后续的热处理过程中弥散析出第二相, 细化组织, 提高合金强度, 但弥散强化的晶粒

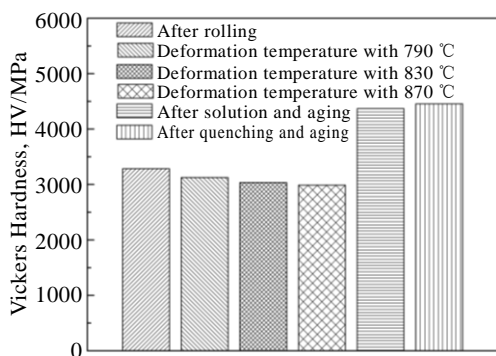


图7 Ti-1300 合金的显微硬度

Fig.7 Hardness of Ti-1300 alloy

内部相对于晶界具有弱化作用, 使合金的塑性下降。

3 结论

1) 轧制态 Ti-1300 合金高温压缩变形后主要由拉长的等轴 β 相组成, 少量细小的球状 α 相分布 β 晶界处; 经淬火时效处理后合金的组织结构复杂化, α_p 相主要以板条状形式存在, 而次生 α_s 相以细针状分布在 β 基体上; 经固溶时效处理后, α_p 相的含量增多, 板条的厚度以及长宽比增加。

2) Ti-1300 合金高温压缩变形后经淬火时效和固溶时效处理后的硬度与轧制态和高温压缩变形态相比均得到显著的提高, 分别达到 4454.5 和 4368.5 MPa, 这是由于 α_p 相尺寸较小以及 α_s 相在 β 基体上大量弥散析出, 从而强化合金基体所导致的。

3) 形变热处理使合金的强度得到显著的提高, 是形变强化与时效强化相互作用的结果, 对 Ti-1300 合金, 形变热处理的强化效果主要来源于时效析出相的强化作用。

参考文献 References

- [1] Zhao Yinghui(赵映辉), Ge Peng(葛鹏), Zhao Yongqing(赵永庆) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料工程)[J], 2009, 38(4): 46
- [2] Wen Jianhong(汶建宏), Ge Peng(葛鹏), Yang Guanjun(杨冠军) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料工程)[J], 2009, 38(8): 1490
- [3] Leyens C, Peters M. *Titanium and Titanium Alloys*[M]. Weinheim: Wiley-VCH, 2003
- [4] Zhang Qinglai(张青来), Kuang Yanrui(匡雁锐), Han Yanben(韩雁奔) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料工程)[J], 2013, 42(5): 984
- [5] Shao Hui(邵辉), Zhao Yongqing(赵永庆), Ge Peng(葛鹏) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料工程)[J], 2013, 42(4): 845
- [6] Fujii H. *Materials Science and Engineering A*[J], 1998, 243: 103
- [7] Žitňanský M, Čaplovič M. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2004, 157-158: 643
- [8] Wang Min(王敏), Guo Hongzhen(郭鸿镇). *Journal of Plasticity Engineering*(塑性工程学报)[J], 2008, 15: 155
- [9] Zhu Jinchuan(朱景川), Wang Yang(王洋), You Fenghai(尤逢海) et al. *Transaction of Materials and Treatment*(材料热处理学报)[J], 2007, 28: 106
- [10] Wang Bin(王斌), Guo Hongzhen(郭鸿镇), Yao Zekun(姚泽坤) et al. *Transaction of Materials and Treatment*(材料热处

- 理学报)[J], 2006, 27: 70
- [11] Ma F C, Lu W J, Qin J N *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2006, 416: 59
- [12] Furuhashi T, Maki T, Makino T. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2001, 117: 318
- [13] 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
- [14] Zhou Yigang(周义刚), Zeng Weidong(曾卫东), Li Xiaoqin (李晓芹) *et al. Acta Metallurgica Sinica(金属学报)*[J], 1999, 35(1): 47
- [15] Peng W W, Zeng W D, Wang Q J *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2013, 571: 116
- [16] Wang Y, Zhu J C, Lai Z H *et al. Materials Science and Technology*[J], 2005, 21: 1466

Effect of High Temperature Thermomechanical Treatment on Microstructure and Hardness of Ti-1300 Titanium Alloy

Lu Jinwen^{1,2}, Ge Peng², Zhao Yongqing^{1,2}, Li Lei², Li Qian², Zhou Wei²

(1. Northeastern University, Shenyang 110819, China)

(2. Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, China)

Abstract: Effects of high temperature thermomechanical treatment on microstructure and hardness of Ti-1300 alloy under isothermal deformation condition were investigated by means of optical microscope (OM), scanning electron microscopy (SEM), thermal simulation testing machine (Gleeble-3800) and Vickers hardness tester (IMVS-1000JMT2). The results show that high temperature thermomechanical treatment can markedly refine the microstructure and improve the mechanical property of Ti-1300 alloy. Microstructure observation of the hot rolled and hot compressed samples indicates that the tendency of the coarse and elongated grains recovering to equiaxed shape is more obvious, and the microstructure of Ti-1300 alloy after quenching plus aging and solution plus aging treatment is composed of a mixture of primary α phase (α_p), secondary α phase (α_s) and β phase. The α_p phase is mainly distributed in the grain boundary, but the α_s phase is mainly in the β matrix after aging treatment. The hardness of the alloy under quenching plus aging is increased due to the growth of α_s phase and the remarkable refining of α_p phase in width.

Key words: titanium alloys; high temperature thermomechanical treatment; microstructure; hardness

Corresponding author: Zhao Yongqing, Ph. D., Professor, Titanium Research Center, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, P. R. China, Tel: 0086-29-86266577, E-mail: trc@c-nin.com