无氢渗碳层对 TC4 钛合金力学性能的影响

姬寿长,李争显,王彦锋

(西北有色金属研究院,陕西 西安 710016)

摘 要: TC4 钛合金经过渗碳后,表面硬度提高了 2.84 倍。经过 1, 2, 3 h 处理后的带渗层、不带渗层(热处理)的 样品抗拉强度、规定非比例延伸强度与原始样相当: 3 种热处理(即不带渗层)断后伸长率和断面收缩率优于原始样, 带渗层样的断后伸长率和断面收缩率有较大下降,并随着时间的延长,断后伸长率和断面收缩率下降。带渗层样在拉 断过程中,外表面渗层不断剥落,外表面布满环状裂纹,裂纹自根部向中间逐渐增加,根部为细小裂纹,愈向中间裂 纹愈宽大;随着时间的延长,裂纹主要集中在断口附近,试样根部较少。热处理的 TC4 样品断口为塑性断裂,位错滑 移在断裂过程中起重要作用;带渗层样品接近于外表面表现为脆性断裂特征,心部为塑性断裂。

关键词:无氢渗碳层; TC4 钛合金; 力学性能; 脆性断裂; 韧性断裂

中图法分类号:TG146.2 ⁺ 3 文献标识码:A 文章编号:1002-185X(2016)10-273	34-07
--	-------

钛及钛合金广泛用于航空、航天、车辆、海洋等 军事和民用领域。但钛及钛合金存在表面硬度低、易 发生粘着磨损,无氢渗碳可有效提高钛及钛合金表面 硬度,并能杜绝"氢脆"隐患,其作为一种新工艺得 到了一定的研究和应用,关于无氢渗碳制备工艺、渗层 硬度、渗层物相、组织结构以及耐磨性的研究较多^[1,2], 但渗碳对钛合金力学性能影响尚无相关文献分析,本 实验将分别研究不同处理时间的带渗层以及不带渗层 (即热处理)对材料力学性能的影响,并对断口形貌 进行分析,为钛合金表面渗碳在工程方面的推广和应 用提供相关数据。

1 实 验

实验选用西北有色金属研究院生产的 TC4 钛合金,名义成分为 Ti-6Al-4V。显微硬度用上海泰明 HXD-1000TMSC/LCD 型显微维氏(HV)硬度仪进行测定,测试条件为载荷 200g,保压 15 s。力学性能检测设备为英斯特朗 5982 电子万能材料试验机,力学性能分析分别是抗拉强度(*R*_{p0.2})、断后伸长率(*A*)、断面收缩率(Z)。带渗层样以及不带渗层样前处理、渗碳工艺相同,处理时间分别是 1,2,3h。

力学性能试样制备:从棒料纵向线切割取样,样 品尺寸为 Φ11 mm×120 mm。(1)带渗层试样:研究 渗层对样品力学性能的影响,按照国标要求对 **Φ**11 mm×120 mm 切割样进行加工,国标要求见图 1,其后 用金属清洗剂去油脂,最后用乙醇擦拭,吹干后置入 真空炉中渗碳。(2)不带渗层试样:研究渗碳后基材 力学性能的变化,将 **Φ**11 mm×120 mm 线切割棒与拉 伸试样在同一工艺下进行渗碳处理,渗碳完成后按照 图 1 加工,去除渗碳层,至拉伸尺寸。

样品拉断后用 JSM6460 型扫描电镜进行观察。

2 结果与讨论

2.1 渗层物相及硬度

图 2 为渗层断面的显微硬度分布,表面层硬度达 到 10.5 GPa,基材硬度约为 3.7 GPa,渗层硬度提高了



图 1 拉伸试样尺寸 Fig.1 Dimension of tensile specimen (mm)

收稿日期: 2015-09-30

基金项目: 国家自然科学基金 (51102197, 51171155)

作者简介: 姬寿长, 男, 1981 生, 硕士, 高级工程师, 西北有色金属研究院腐蚀与防护研究所, 陕西 西安 710016, 电话: 029-86283410, E-mail: luckystar_ji@163.com

2.84 倍。根据文献[2],硬度的提高归因于两个方面: 一是在渗层内形成了高硬度 TiC 化合物;二是注入金 属表面的原子本身产生的点阵缺陷,对位错的运动起 "钉扎"作用,使金属表面得到强化,提高了表面硬度。

2.2 渗层对力学性能的影响

表1是拉伸结果,从结果可以看出,不同处理时 间对力学性能有较大的影响,带渗碳层相比于不带渗 碳层(热处理)对力学性能影响明显。



Fig.2 Microhardness analysis of carburizing coating

表 1 不同处理工艺拉伸结果

Table 1 Tensile properties of the samples with different

treatment					
Treatment state and process of the sample	<i>R</i> _m /MPa	$R_{p0.2}/MPa$	<i>A</i> /%	Z/%	
GB	975	925	10	25	
Original sample	1115	1022	16.0	40	
	1113	1027	14.5	47	
1 h (with carburized layer)	1042	990	10.0	25	
	1057	1001	12.0	21	
	1043	990	10.5	/	
1 h (no layer)	1057	992	19.0	49	
	1049	982	19.0	50	
	1058	989	20.0	48	
2 h (with carburized layer)	1056	1001	8.0	17	
	1045	985	7.5	16	
	1061	1006	7.0	13	
2 h (no layer)	1059	1004	18.5	51	
	1058	1013	18.0	52	
	1057	1002	19.0	49	
3 h (with carburized layer)	1040	982	6.5	12	
	1034	980	5.5	14	
	1046	989	8.0	15	
3 h (no layer)	1074	1017	17.5	49	
	1070	1009	17.5	50	
	1073	1019	17.5	49	

根据表1结果,1,2,3h处理的不带渗碳层(热处 理)样抗拉强度及规定非比例延伸强度相比原始样均有 一定的降低,降幅为5%左右,仍高于国标规定;3种处 理工艺的断后伸长率和断面收缩率相对于原始样和国 标,均得到提高,但不同时间处理提高程度不同。1h 处理样的断后伸长率是19.0%、19.0%、20.0%,均值是 19.3%,2h处理样的断后伸长率是18.5%、18.0%、19.0%, 均值是18.5%,3h处理样的断后伸长率是17.5%、17.5%、 17.5%,均值是17.5%,从均值可以看出,随着时间的延 长,断后伸长率是下降的。1h处理样的断面收缩率是 49%、50%、48%,均值为49%;2h处理样的断面收缩 率是51%、52%、49%,均值是50.6%;3h处理样的断 面收缩率是49%、50%、49%,均值是49.6%,3个工艺 的断面收缩率均大于原始样,也满足国标,其中,2h 处理样的断面收缩率值最大,达到了50.6%。

从带渗层样的力学性能结果可以看出,渗碳层对 力学性能中不同的指标影响也不同:对于抗拉强度和 规定非比例延伸强度,数值与不带渗碳层的基本相同, 但相比于原始样均有一定的降低,降幅为 5%左右; 相比于不带渗层样和原始样,断后伸长率和断面收缩 率变化较大。1 h 的断面收缩率是 10.0%、12.0%、 10.5%,均值是10.8%;2h的断面收缩率是8.0%、7.5%、 7.0%,均值为7.5%;3h的断面收缩率是6.5%、5.5%、 8.0%,均值为6.7%,从数值可以看出,处理时间对断 面收缩率影响显著。相比于同时间的不带渗层样品, 带渗层的断面收缩率与不带渗层的收缩率的比例,从 1h的56%下降到3h的38%,从这一比例可以看出, 随着处理时间的延长,渗层厚度也在增加,渗层厚度 对断面收缩率影响越来越严重,表明此时的断裂由原 来的塑性断裂转变为脆性断裂,而且随着处理时间的 延长厚度对其影响趋于明显。

1h的断面收缩率为25%、21%,均值为23%;2h 的断面收缩率为17%、16%、13%,均值为15.3%;3h 的断面收缩率为12%、14%、15%,均值为13.7%。从 数值可以看出,时间对断面收缩率影响显著。相比于 同时间的不带渗层样品,带渗层的断面收缩率与不带 渗层的收缩率的比例,从1h的46.9%下降到3h的 27.6%,从这一比例可以看出,随着处理时间的延长, 断面收缩率脆性断裂明显。

图 3 是拉伸性能不同工艺下的对比,从柱状图中 可以看出 1, 2, 3 h 带渗层及不带渗层的抗拉强度以及 规定非比例延伸强度和原始样差别不大,经过 1, 2, 3 h 的热处理(不带渗层)的断后伸长率及断面收缩率均 得到提高,带渗层样品断后伸长率及断面收缩率均明 显下降,而且随着时间的延长,呈下降趋势。



图 3 不同处理工艺试样拉伸性能变化趋势



TC4 经过渗碳,抗拉强度,规定非比例强度都得 以保证,相比于热处理,塑性有所降低,但抵抗变形 的能力得到提高。

2.3 拉断样形貌分析

2.3.1 拉断样宏观形貌

图 4 是拉断样宏观照片,从照片可以看出,不带 渗层(热处理)样拉断后明显长于带渗层,拉断基本 处于样品中部,也有明显的颈缩。而带渗层样拉断靠 近根部,无明显颈缩。根据塑性材料拉断特征和脆性 样拉断特征,可初步判断,不带渗层(热处理)样为 塑性断裂,而带渗层样为脆性断裂。

2.3.2 拉断样侧面 SEM 形貌

对拉断样的侧面和断口分别进行 SEM 形貌分析, 图 5~7 为 1, 2, 3 h 不带渗碳层及带渗碳层的拉断样纵向 SEM 照片。

不带渗碳层的样品 1, 2, 3 h 样品有明显的颈缩,呈现塑性断裂,从图片对比可以看出,2, 3 h 的颈缩明显 大于 1 h,即断面收缩率大于 1 h。从断面照片能够反映 出 3 者的测试情况,即 2 h>3 h>1 h,结合断面收缩率: 1 h 是 49%、2 h 是 50.6%、3 h 是 49.6%,通过照片与 拉伸数值的结合能很好的反映出断面收缩率。



图 4 试样拉断后的实物照片 Fig.4 Photos of fractured samples

带渗层样品的裂纹是自根部向中间逐渐增加,根 部为细小裂纹,愈向中间裂纹愈宽大;裂纹为环状或 断续环状,1h的裂纹比较均匀,密度在高于2和3h 样品,3h样品拉断样裂纹主要集中在断口附近,试样 根部较少,说明该工艺下试样脆性明显。在拉断的过 程中,渗层不断剥落,剥落从中部开始,逐渐向根部 延伸,见图8拉断样照片。虽然渗碳脆性区域存在于 表面薄区,但表面出现裂纹和剥落缺陷能引起应力集中,导致合金在很小应变下出现开裂,塑性下降。



图 5 1 h 拉伸样 SEM 形貌

Fig.5 SEM images of tensile samples with 1 h treatment:(a) without carburized layer (thermal treatment) and(b) with carburized layer



图 6 2 h 拉伸样 SEM 形貌

Fig.6 SEM images of tensile samples with 2 h treatment:(a) without carburized layer (thermal treatment), and(b) with carburized layer

塑性材料有一个明显的颈缩,而脆性样一般是几 乎没有经过塑性变形就发生断裂,根据1,2,3h的拉 伸样照片可以看出,没有带渗层(即热处理)样品有 明显的颈缩为塑性特征;1h带渗层的样品断裂部有一定的缩小,3h样品几乎没有缩小,类似于脆性断裂。



图 7 3 h 拉伸样 SEM 形貌

Fig.7 SEM images of tensile samples with 3 h treatment:(a) without carburized layer (thermal treatment) and(b) with carburized layer



图 8 带渗层拉伸样照片 Fig 8 Photo of tensile sample with carburized layer

2.3.3 SEM 断口形貌

根据塑、脆性材料断裂特征,从1,2,3h的拉伸 样照片可以看出,没有带渗层(即热处理)样品有明 显的颈缩为塑性特征;1h带渗层的样品断裂部有一定 的缩小,3h样品几乎没有缩小,类似于脆性断裂。基 于上述理论,结合图 9~11不同处理时间的断口形貌, 1,2,3h的断口宏观形貌中,不带渗层的样品观察到了 剪切区和纤维区所具有的特征,可断定其为塑性断裂; 带渗层的1,2,3h样品不完全是脆性特征,有一定的 纤维区,具有脆性+塑性综合特征。1,2,3h的带渗层 样品对比可见,3h的脆性断裂倾向最为明显,渗碳处 理后,拉伸样表面为硬质渗碳层,在拉伸过程中,渗 层不断剥落,拉伸面上形成缺陷,在三向应力作用下, 在缺陷处形成微裂纹。金属材料的断裂过程大多是借 助裂纹的萌生和扩展过程而发生的,随着应力的提高, 微裂纹不断长大,相互连接,使裂纹长大在裂纹长大 处断裂,该部分表现为脆性断裂特征;心部 TC4 在经 过 3 h 的热处理后,相比原始样具有更好的韧性,因 此在最终断口上留下纤维状的区域。2 h 热处理(不带 渗层)样品断面收缩率在 3 个工艺中是最高的,加之 带渗层样品的断面收缩率和延伸率介于 1 与 3 h 之间, 具有一定的代表性,对 2 h 的不带渗层和带渗层断口 样品进一步分析,结果见图 12 和 13。



图 9 1 h 处理样品断口形貌

Fig.9 SEM images of fracture with 1 h treatment: (a) without carburized layer (thermal treatment), and (b) with carburized layer



图 10 2h 处理样品断口 SEM 形貌

Fig.10 SEM images of fracture with 2 h treatment: (a) without carburized layer (thermal treatment), and (b) with carburized layer



图 11 3h 处理样品断口 SEM 形貌

Fig.11 SEM images of fracture with 3 h treatment: (a) without carburized layer (thermal treatment) and (b) with carburized layer

图 12 是 2 h 热处理(不带渗层)样的形貌照片。 图 12a 是宏观形貌照片,图 12b、图 12c 是断口的 2 个分析区域,从图 12b、12c 可见,拉伸断口 3 个区域 内都有很多大且深的韧窝和撕裂棱,没有出现裂纹及 微裂纹,断口完全由大小不等的韧窝组成,还可以清 晰的看出断裂时形成的纤维空洞,均是韧断特征,可 判定为塑性断裂。从图 12c 可以看出,在韧窝之间有 微空洞存在,这些微孔洞的产生可能是由于位错强烈 滑移,在夹杂物处受阻,位错环在切应力下被推到界 面形成微孔,造成后面位错受到排斥力大大降低,后 面的位错源重新激活,产生新的位错环推向微孔,导 致微孔迅速拓展,或者错位缠结引起夹杂物破碎造成 的,这说明位错滑移在 TC4 钛合金组织变形断裂过程 中起重要作用^[3]。

图 13 是 2 h 带渗层拉断样不同区域的 SEM 形貌。 图 13a 是宏观形貌照片,图 13b、图 13c、图 13d 是不 同区域的放大照片。从图 13b 和图 13c 中可以看出, 拉断样最边缘部有明显的解理台阶。从图 13c 的对边 部放大照片可以看出,该部分有微裂纹,没有韧窝。 这种微裂纹不是产生于表面,而是在表面层的下部。 根据 H. Π. 梁基谢夫的 C 在 α、β 钛含量的计算公式 及 Ti-C 二元相图手册,渗碳之后形成的细小碳化钛, 这种细小的碳化物会影响裂纹形成和扩展,使裂纹扩展不再与晶粒位向有关,而主要与碳化物有关^[4]。图

13c 中的裂纹属于准解理性裂纹,是一个介于解



图 12 2h 不带渗层拉伸断口 SEM 形貌

Fig.12 SEM images of tensile sample without carburized layer: (a) macro-fracture, (b) corresponding B, Zone and corresponding C Zone



图 13 2h 带渗层样断口 SEM 形貌

Fig.13 SEM images of fracture with carburized layer of 2 h treatment: (a) macro-fracture, (b) corresponding B Zone in Fig.13a,(c) corresponding C Zone in Fig.13b, and (d) corresponding D Zone in Fig.13a

理和微孔聚集性的中间机制,不同于萌生于晶界处的 解理,准解理裂纹源产生于第二相颗粒,碳化物硬质 相就是其内部的裂纹源。

图 13d 中 2 个部分均有韧窝,具备韧断的特征, 说明该处断裂仍为塑性断裂; 2 个部分的韧窝相比于 图 10 中的韧窝,图 13d 中的韧窝小、浅,且有椭圆形 的剪切韧窝,韧窝直接表征材料塑性变形能力^[5]。相 比于左边韧窝,右边部分韧窝颜色浅、韧窝有一定的 方向性,圆周方向狭长,表明断裂是从左向右,右部 分在拉伸过程中是最后的拉断阶段。该部分也有少量 的微空洞,这是位错滑移和微孔聚集相互作用,位错 滑移在夹杂物处塞积,夹杂物与基体界面脱离或者夹 杂物破碎,逐渐形成微孔洞,微孔洞在剪切力的作用 下拓展,形成与最大主应力方向近乎 45 °断口^[6]。

3 结论

1) 经过1,2,3h处理后的样品抗拉强度、规定非 比例延伸强度与原始样相当;3 种热处理(即不带渗 层)断后伸长率和断面收缩率优于原始样,相比于不 带渗层样,带渗层样的断后伸长率和断面收缩率有较 大下降,并随着时间的延长,断后伸长率和断面收缩 率而下降。 2)带渗层样在拉断过程中,外表面渗层不断剥落,外表面布满环状裂纹,裂纹自根部向中间逐渐增加,根部为细小裂纹,愈向中间裂纹愈宽大;随着时间的延长,裂纹主要集中在断口附近,试样根部较少。

3) 热处理的 TC4 样品断口为塑性断裂,位错滑 移在断裂过程中起重要作用;带渗层样品接近于外表 面表现为脆性断裂特征,心部为塑性断裂,并可通过 断裂形貌判定断裂方向。

参考文献 References

- [1] Li Zhengxian(李争显), Du Jihong(杜继红), Zhou Hui(周 慧) et al. Titanium Industry Progress(钛工业进展)[J], 2003, 22(8): 41
- [2] Ji Shouchang(姬寿长), Li Zhengxian(李争显), Du Jihong(杜 继红) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属 材料与工程)[J], 2014, 43(12): 3114
- [3] Zhang Liqing(张利清). A Study of Tensile and Vacuum Fatigue of the TC4 Alloy at Cryogenic Temperature (TC4 合金低温拉 伸和低温真空疲劳性能研究)[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2007
- [4] Zhao Yuanyuan(赵源嫄). Study of Tensile Behaviour under Low Temperature and Stress Relaxation of 60Si2Mn Steel

(60Si2Mn 钢低温拉伸及应力松弛行为研究)[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2009

[5] Zhang Hongtao(张洪涛). Study on Titanium Dioxide Thin Film Prepared by Thermal Oxidation with or without Nitrogen (热 氧化生成 TiO₂ 及氮掺杂 TiO₂ 薄膜的研究)[D]. Taiyuan: Taiyuan University of Technology, 2007

[6] Wang Wenqiang(王文强). Cryogenic Mechanical Behaviors of Zr₇O₂ and Zirconium and ZrTiAlV Alloy (Zr₇O₂和 ZrTiAlV 合 金低温力学行为)[D]. Harbin: Harbin Institute of Technology, 2013

Influence of Hydrogen-free Carburized Coating on Mechanical Properties of TC4 Titanium Alloy Substrate

Ji Shouchang, Li Zhengxian, Wang Yanfeng

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

Abstract: TC4 alloy samples were carburized without hydrogen in a vacuum furnace. The mechanical properties of the samples were investigated by a universal materials test machine and the fracture was observed by SEM. The results show that the hardness of the alloy surface after carburizing increases by 2.84 times. After 1 h, 2 h, and 3 h treating, the tensile strength and nonproportional extension strength are similar to those of the original sample. After the 3 kinds of heat treatment (without carburized layer), elongation and reduction of area on the cross section are better than those of the original sample, but with the time extension, they decline. In the tensile process, the outer surface layer, covered with ring-shaped cracks, flakes off gradually for the samples with carburized coating. The cracks are increased from the root to the middle. There are small cracks on the root while the cracks become wider in the middle. The cracks mainly concentrate near the fracture, and a few on the root. The fracture of the heat-treated TC4 alloy is plastic fracture, and the dislocation slip plays an important role in the fracture process. The layer close to the outer surface of the sample shows brittle fracture characteristics, while the core is of plastic fracture, and the fracture direction can be determined by the fracture morphology.

Key words: hydrogen-free carburization; TC4 titanium alloy; mechanical properties; brittle fracture; plastic fracture

Corresponding author: Li Zhengxian, Professor, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, P. R. China, Tel: 0086-29-86231077, E-mail: lizx@c-nin.com