

Ti-22Al-25Nb 合金热机械处理组织与性能研究

马 雄¹, 张建伟¹, 梁晓波¹, 曾卫东²

(1. 钢铁研究总院, 北京 100081)

(2. 西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072)

摘 要: 研究了 Ti-22Al-25Nb 合金的显微组织和力学性能, 重点介绍了等温锻造温度、固溶时效处理对合金力学性能的影响规律。结果表明: 随着等温锻造温度的升高, 合金的强度和塑性先增加后降低。在 O+B2 两相区固溶时, 随着固溶温度的升高, 具有较高塑性的 B2 相体积分数的增加和等轴颗粒的减少是合金具有较高塑性的主要原因; 而在 α_2 +B2+O 3 相区固溶时, 片层厚度的减小有利于合金强度的提高, 但过大的 B2 相晶粒尺寸和较细的片层厚度则对合金的塑性不利。相的含量、形态、尺寸对合金力学性能的影响较大, 尽可能在 B2 相变点附近进行等温锻造, 以控制等轴颗粒数量和 B2 相晶粒尺寸, 在低温时效以获得较细的片层组织从而提高合金的强度和塑性。

关键词: Ti₂AlNb 基合金; 热处理; 显微组织; 力学性能;

中图法分类号: TG146.2*3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)05-1375-05

目前航空航天、武器装备、核能等尖端科技领域的飞速发展, 对材料性能提出了更高的要求, 尤其对比强度高、高温性能好和适应特殊环境的新型高温结构材料需求越来越迫切。Ti₂AlNb 是以有序正交结构 O 相为基础的金属间化合物合金(可简称为 Ti₂AlNb 基合金), 成分通常在 Ti-(18~30)Al-(12.5~30)Nb 范围, 并含有少量的 Mo、V 和 Ta 等合金元素。由于长程有序的超点阵结构减弱了位错运动和高温扩散, 因而该合金不仅具有较高的比强度和比刚度, 还有蠕变抗力高、断裂韧性高、抗氧化性好、热膨胀系数低等特点, 使得该合金成为最具潜力的新型航空航天用轻质高温结构材料, 作为高密度镍基高温合金的替代材料被寄予了极大的期望^[1]。尽管如此, 由于该类合金的组织对温度十分敏感, 并且在不同温度下相变过程非常复杂, 因此, 实现材料组织与性能的精确控制成为研究的难点。

Ti₂AlNb 基合金属于难变形高温结构材料, 合金固有的脆性、较大的变形抗力制约了其发展和应用。热加工工艺和热处理工艺对材料的组织和性能具有重要影响。合理的热机械处理工艺可以显著地改善合金的组织和性能。近十年来, 挤压、锻造、轧制等传统热加工工艺被广泛应用于 Ti₂AlNb 基合金的制备, 并对其变形后的相、显微组织以及力学性能也进行了深入的研究^[2-7]。研究发现: 双态组织中依据不同的热处理, 裂纹可以萌生于初生 α_2 /O 相颗粒, 也可以萌生于

转变 β /B2 基体^[8]。不同相之间的应力与应变分布、各相的几何参数都将影响裂纹形成时的合金宏观应变值。由于双态组织兼有等轴组织和板条组织的特点, 通过热加工、固溶处理及时效等工艺有效地控制, 可以使组织优化而获得最佳组合, 对抑制裂纹产生从而获得较高强度与良好塑性具有重要的指导意义。

1 实 验

试验用原材料为通过真空自耗加凝壳熔炼工艺制备的 Ti₂AlNb 基合金铸锭, 合金的名义成分为 Ti-22Al-25Nb (at%)。为研究不同热加工工艺以及热处理制度下合金组织与性能之间的关系, 首先对开坯改锻后的合金棒材进行等温压缩实验。从 Ti-Al-Nb 三元相图^[9]上得知, 合金从高温冷却会经过 β /B2、 α_2 +B2、 α_2 +B2+O 和 O+B2 4 个相区, 本研究等温锻造实验中所选定的锻造温度分布在这 4 个相区。在 Ti-22Al-25Nb 合金等温锻造后的饼坯上分别切取 $\Phi 13$ mm×20 mm 的圆柱形试样, 进行热处理。基于 O 相的本征强度和塑性 α_2 相的特点, 最终确定固溶温度为: 920, 940, 960, 980, 1000 °C, 保温 1.5 h, 保温结束后立即水冷, 转移时间不长于 2 s; 随后分别在 760, 780, 800, 820, 840 °C 下保温 12 h 对合金进行时效处理, 采取空冷方式, 以比较不同时效温度对合金的影响。需要指出的是, 热处理试样需去除表面氧化皮, 并在

收稿日期: 2016-06-03

作者简介: 马 雄, 男, 1985 年生, 博士, 钢铁研究总院高温材料研究所, 北京 100081, 电话: 010-62181009, E-mail: mxnwpu@163.com

超声波洗涤剂中用丙酮清洗除油，然后在其表面涂覆 K-01 钛合金高温抗氧化涂料并干燥，干燥时间不低于 3 h，检查涂层无裂纹进行热处理。热处理试验在箱式电阻炉中进行，并采用铂铑 10-铂热电偶以及 UJ36 型电位差计校正炉温，以保证温度的准确性。

为了研究显微组织的演变规律，将等温锻和热处理后的试样进行研磨、抛光、腐蚀。腐蚀剂为 HF、HNO₃、H₂O₂、H₂O 以 1:3:5:7 体积比配制的溶液。然后进行显微组织观察，在 OLYMPUS PM-T3 光学显微镜上进行光学显微组织观察，在 JEOL JSM-6390A 扫描电镜上完成 SEM 显微组织观察。

合金的力学性能试样为 M12 mm×5 mm 的标准拉伸试样，在 Z150 型试验机上进行室温拉伸试验，1196 型试验机上进行 650 °C 高温拉伸。拉伸试样用砂纸打磨以保证试样表面光滑无缺口。对于高温拉伸试样，在其表面均匀涂覆厚度约 0.12~0.18 mm 的 K-01 钛合金高温抗氧化涂料，并在通风处自然干燥，干燥时间不低于 3 h，高温拉伸前将试样置于保温炉中，到达指定拉伸温度后保温 5 min 开始拉伸，且从放入试样到拉伸时间应不少于 10 min。室温和高温拉伸的初始应变速率均为 6.4×10⁻⁴ s⁻¹。每一种状态的试样进行 3 组拉伸试验，最终得到的拉伸结果取 3 组试样的平均值。

2 结果与分析

2.1 锻造温度对合金组织性能的影响

Ti₂AlNb 基合金从高温冷却过程中会经过 4 个相区，分别为 B2 单相区、α₂+B2 两相区、α₂+O+B2 三

相区和 O+B2 两相区，故通过在不同的相区等温锻造所获得的显微组织就会存在一定的差异，同时显微组织中的相形态、成分、含量等均不相同。

图 1 为在不同相区等温锻造后的显微组织，从图 1 中可以看到在 O+B2 两相区锻造主要析出等轴颗粒和较粗的片层 O 相(图 1a)，部分的片层 O 相在锻造变形过程中发生了动态球化。这种片层 O 相动态球化行为能够软化合金，提高合金的高温热加工性。

在相组成方面，在 O+B2 两相区锻造的组织中主要是 O 相和 B2 相，而 α₂ 相的含量极少，几乎可以忽略。在 α₂+O+B2 三相区锻造时，合金的组织主要由等轴颗粒和细小的片层 O 组成。总体上来说，在三相区锻造，α₂，O，B2 三相同同时存在。等轴颗粒是 α₂ 和 O 的混合物，颗粒内部为 α₂ 相，颗粒的边缘处存在一圈 rim-O 相(图 1b)。而这些 rim-O 相主要是由 B2 相和 α₂ 相的包析反应得到的^[10]。在 B2 基体上析出的细小的片层 O 是在锻造后冷却的过程中析出的，这些片层组织相比于 O+B2 两相区锻造得到的片层组织更加细小，并且极不稳定，在高温下加热很容易溶解到 B2 基体中。在 α₂+B2 两相区锻造后的组织中一方面等轴颗粒主要为 α₂ 相，颗粒边缘处的 rim-O 很少，在锻造和锻前保温的过程中发生了 O→α₂ 的相转变，等轴颗粒的尺寸也有一定程度的减小；而另一方面不同于 960 和 980 °C 锻造的组织，可以从图 1c 中看到明显的晶界，在晶界处可以看到许多较粗的片层 O 和不连续分布的小块状再结晶晶粒，存在着片层 O 的不连续析出。当锻造温度升高到 1060 °C 时，锻造是在 B2 单相

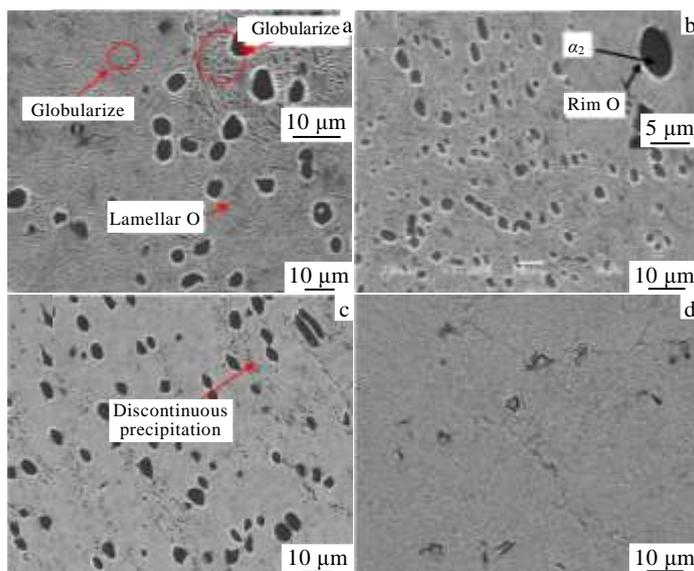


图 1 Ti-22Al-25Nb 合金在不同温度下锻造的显微组织

Fig.1 Microstructures of Ti-22Al-25Nb alloys after isothermal forging at different temperatures:

(a) 960 °C, (b) 1000 °C, (c) 1020 °C, and (d) 1060 °C

区内完成,其主要的组织类型是大量的片层 O 和极少量的等轴 α_2 。这些片层 O 是在锻后冷却过程中析出的,但是片层厚度要大于 α_2+O+B2 三相区和 α_2+B2 两相区锻造后析出的片层 O 。这主要和片层组织粗化的动力学有关,更高的锻造温度增加了冷却所需要的时间,晶界扩散更加充分,因而片层组织更为粗大。除此之外等轴颗粒的数量进一步减小,原组织中的等轴颗粒不断地溶解到 $B2$ 基体中,发生了 $\alpha_2 \rightarrow B2$ 的相转变,从图 1d 中可以看到组织中存在一些块状的颗粒,这就说明等轴颗粒的溶解首先发生在颗粒的边缘部位。对比晶内和晶界,发现等轴颗粒主要分布在晶界上,晶粒内主要是一些未完全溶解的颗粒。然而值得注意的是在 $B2$ 单相区锻造会明显增大 $B2$ 晶粒的尺寸,相比于 α_2+O+B2 三相区和 α_2+B2 两相区锻造后 $B2$ 晶粒,由于缺少了等轴颗粒的钉扎作用,在加热过程中 $B2$ 晶粒会迅速长大,从而降低合金的塑性。

图 2 为合金在不同等温锻造温度下,1000 °C 固溶 (α_2+B2+O 三相区),780 °C 时效后的室温和 650 °C 高温拉伸性能。从图 2a 中可以看到随着等温锻造温度的升高,合金的室温和高温屈服强度(YS)和抗拉强度(UTS)逐渐增大,到锻造温度为 1040 °C 时达到最大值,随后当锻造温度达到 1060 °C 时,屈服强度和抗拉强度都降低。同样的,合金的室温和高温塑性(EL)也呈现了同样的规律(图 2b)。影响合金性能的显微组织微观参数主要有 $B2$ 晶粒尺寸、体积分数,等轴颗粒以及片层。由于所有的试样都是在相同的时效温度下处理的,片层的厚度主要由 $O+B2$ 两相区加热的温度和时间决定。因此影响合金性能的因素主要有 $B2$ 晶粒尺寸和等轴颗粒的粒径以及体积分数。随着等温锻造温度的升高, $B2$ 晶粒的尺寸不断增大,等轴颗粒的粒径和体积分数逐渐减少。一方面 $B2$ 晶粒尺寸的增大会降低合金的强度和塑性,而另一方面原本粗大的等轴颗粒粒径的减小,数量的减少有助于合金塑性提高和密度减小。尽管如此,当等温锻造温度升高到 1060 °C 时, $B2$ 晶粒由于缺少等轴颗粒的钉扎作用迅速长大,尽管等轴颗粒的尺寸和数量有一定的减少,然而过大的 $B2$ 晶粒尺寸对合金的强度和塑性不利。此外,对比 1060 和 980 °C 等温锻造后合金的性能发现两者十分接近。而随着锻造温度的升高,对比 1060 和 980 °C 等温锻造后的显微组织, $B2$ 晶粒的粗化和等轴颗粒的细化均十分明显。因此在不同的等温锻造温度下合金的力学性能是 $B2$ 晶粒和等轴颗粒交互作用的结果。Boehlert^[11]对 Ti-12Al-38Nb 的拉伸性能的研究发现,增加 $B2$ 相的体积分数,减小 $B2$ 晶粒尺寸可以起到较好的韧化效果;Popile^[12]对 Ti-22Al-24Nb

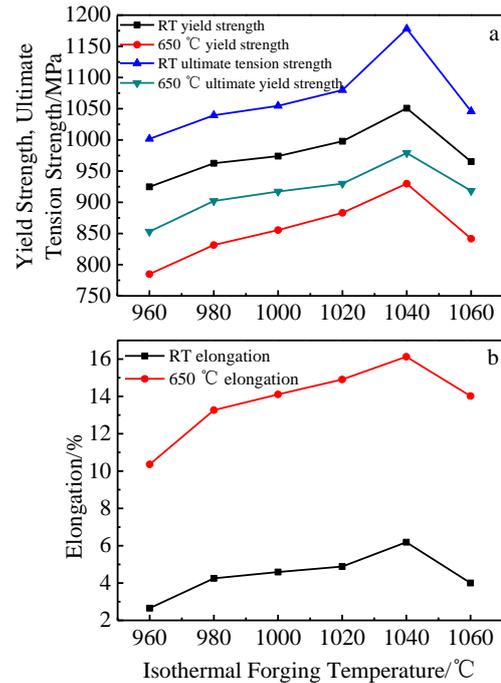


图 2 Ti-22Al-25Nb 合金在不同等温锻造温度下的力学性能

Fig.2 Mechanical properties of Ti-22Al-25Nb alloy at different isothermal forging temperatures: (a) yield strength and ultimate tensile strength and (b) elongation

在 815 °C 时效 4 h 时,结果发现合金具有较高的强度,但塑性一般,只有 4.6%,由此可见 $O+B2$ 两相低温时效确实可以很好地强化 $B2$ 基体;Smith^[13]对 Ti-22Al-23Nb 在 1050 °C 固溶后时效,发现其强度和塑性都较高。等温锻造温度的降低有助于 $B2$ 晶粒的细化,然而等轴颗粒数量会增多,粒径会增大,这同时也导致了等轴颗粒体积分数的增多, $B2$ 基体体积分数的减少。因此,合理地调节等温锻造工艺尽可能保证合金具有较小的 $B2$ 晶粒和等轴颗粒尺寸,减少等轴颗粒的数量是提高合金的强度和塑性的关键。

2.2 热处理对合金组织性能的影响

通过之前对等温锻造温度对力学性能影响规律的研究,可以得出:在 1040 °C 等温锻造时,合金具有较优异的综合力学性能。因此,针对 1040 °C 等温锻造后的组织进行不同温度下的固溶和时效(780 °C),研究固溶温度对合金力学性能的影响。

图 3 为不同固溶温度下的显微组织,从图中可以看到合金在 $O+B2$ 两相区固溶时(920, 940, 960 °C),等轴颗粒的数量比 α_2+B2+O 三相区固溶(980, 1000 °C)的合金多,这主要是部分片层 O 静态球化的结果,形成了许多粒径较小的等轴颗粒。另外,在 $O+B2$ 两相区固溶时,会析出较粗的片层,这就增加了时效后合

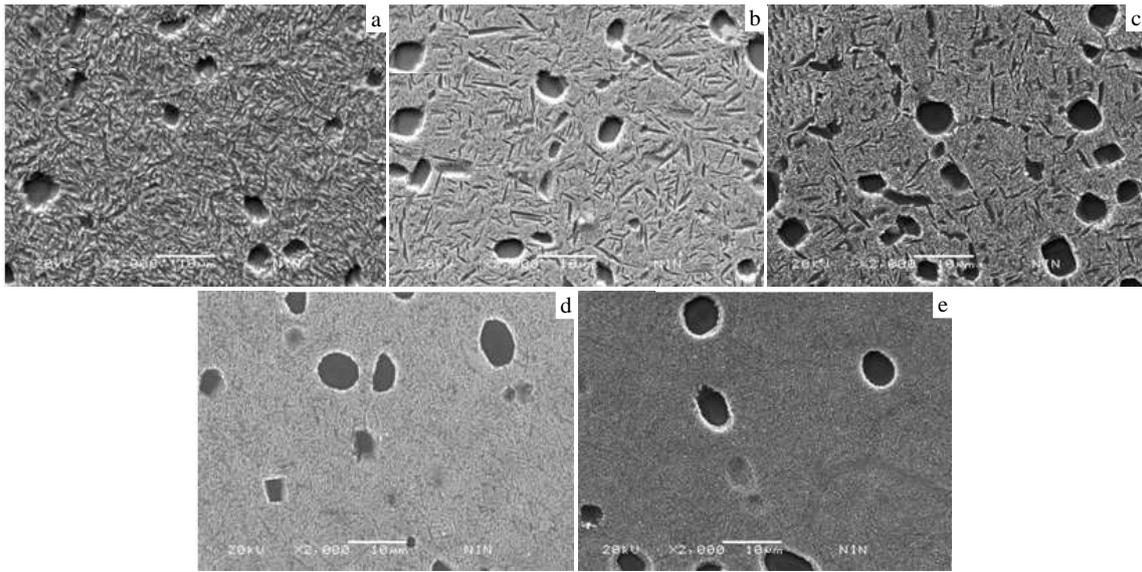


图 3 Ti-22Al-25Nb 合金在不同温度下固溶显微组织

Fig.3 Microstructures of Ti-22Al-25Nb alloy after solution at different temperature: (a) 920 °C, (b) 940 °C, (c) 960 °C, (d) 980 °C, and (e) 1000 °C

金中片层 O 的平均厚度,而在 α_2+B2+O 三相区固溶后只析出等轴颗粒,因此合金中的片层 O 只由时效处理来决定。

图 4 为不同固溶温度对合金室温和高温拉伸性能的影响规律曲线。从图 4a 中可以看到合金的强度随着固溶温度的升高逐渐增大。随着固溶温度的升高,一方面 B2 晶粒尺寸的增大,等轴颗粒数量的减少不利于合金的强度,而另一方面,片层 O 的厚度的减小以及等轴颗粒粒径的减小有助于强化 B2 基体。此时,尽管在固溶温度从 920 °C 升高到 1000 °C 过程中, B2 晶粒尺寸增加,然而一方面,等轴颗粒数量的减少将增加合金变形过程对位错运动的阻碍而提高合金的强度,当等轴颗粒数量较多时,颗粒与颗粒的相界面增加,易引起合金变形过程中的局部应力集中并形成裂纹而导致合金强度的损失。Ward^[14]概述了 Ti_3Al 基合金双态组织的强度与组织的关系:在二次板条细小小时,随着初生 α_2 相颗粒体积分数增加,细小板条的强化作用下降,因此材料的屈服强度将下降。而另一方面,片层组织的大大细化对合金强度的提高起到了决定性的作用。

图 4b 为不同固溶温度下的室温和高温拉伸塑性。从图中可以看到合金的塑性随着固溶温度的升高呈现先增加后减少的规律。在 O+B2 两相区固溶时,随着固溶温度的升高,合金的塑性增加。主要原因是,随着固溶温度的升高, B2 相的体积分数增加,通常来说,相比于 α_2 相和 O 相, B2 相拥有更高的塑性。B2 相体积分数的增加有助于合金塑性的提高。然而随着固溶温度继续升高至 α_2+B2+O 三相区时,合金的塑性反而

降低了。当固溶温度升高到 α_2+B2+O 三相区时, B2 晶粒尺寸的增加和片层 O 厚度的减小是合金的塑性降低的主要原因。

因此,固溶温度对合金拉伸性能的作用是由 B2 晶粒尺寸、B2 相体积分数、片层厚度和等轴颗粒共同

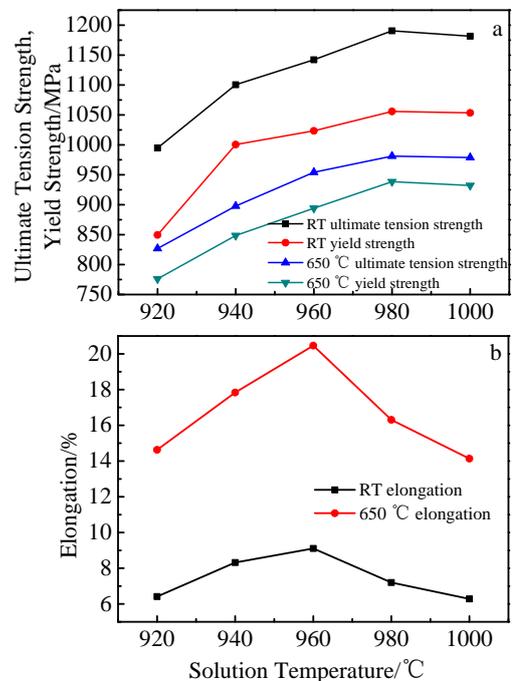


图 4 Ti-22Al-25Nb 合金在不同固溶温度下的力学性能
Fig.4 Mechanical properties of Ti-22Al-25Nb alloy at different solution temperatures: (a) yield strength and ultimate tensile strength and (b) elongation

影响的。在 O+B2 两相区固溶时, 随着固溶温度的升高, 具有较高塑性的 B2 相体积分数的增加和等轴颗粒的减少是合金具有较高塑性的主要原因; 而在 α_2 +B2+O 三相区固溶时, 片层厚度的减小有利于合金强度的提高, 但过大的 B2 晶粒尺寸和较细的片层厚度则对合金的塑性不利。

3 结 论

1) 随着等温锻造温度的升高, 合金的强度和塑性呈现先增后降的趋势。

2) 固溶温度对合金拉伸性能的作用是由 B2 晶粒尺寸、B2 相体积分数、片层厚度和等轴颗粒共同影响的。在 O+B2 两相区固溶时, 随着固溶温度的升高, 具有较高塑性的 B2 相体积分数的增加、片层厚度的增加和等轴颗粒的减少是合金具有较高塑性的主要原因; 而在 α_2 +B2+O 三相区固溶时, 片层厚度的减小有利于合金强度的提高, 但增大的 B2 晶粒尺寸和较细的片层厚度则对合金的塑性不利。

参考文献 References

- [1] Shen Jun(沈 军), Feng Aihan(冯艾寒). *Acta Metallurgica Sinica* (金属学报)[J], 2013, 49(11): 1286
- [2] Wojcik C C, Roessler R, Zordan R. Weiss I *et al.* Eds. *Advances in the Science and Technology of Titanium Alloy Processing* [M]. PA: TMS, 1996
- [3] Feng Aihan(冯艾寒), Li Bobo(李渤渤), Shen Jun(沈 军). *Journal of Materials and Metallurgy*(材料与冶金学报)[J],

2011, 10(1): 30

- [4] Li Junjun(李君珺), Zeng Weidong(曾卫东), Xue Chen(薛 晨) *et al.* *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2014, 24(8): 1998
- [5] Leyens C. *Journal of Materials Engineering and Performance* [J], 2001, 10(2): 225
- [6] Wu Bo(吴 波). *Thesis for Doctorate*(博士论文)[D]. Beijing: General Research Institute For Nonferrous Metals, 2005: 3
- [7] Peng Jihua(彭继华). *Postdoctor Research Report*(博士后出站报告)[PDR]. Beijing: Beijing Iron and Steel Research Institute, 2000: 6
- [8] Ward C H. *International Metals Reviews*[J], 1993, 38(2): 79
- [9] Li Juntao(李俊涛), Jiang Min(蒋 敏), Hao Shiming(郝士明) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2001, 37(10): 1064
- [10] Semiatin S L, Smith P R. *Material Science and Engineering A*[J], 1995, 202(1-2): 26
- [11] Boehlert C J, Majumdar B S, Seetharaman V *et al.* *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 1999, 30(9): 2305
- [12] Popille F, Douin J. *Philosophical Magazine*[J], 1996, 73(5): 1401
- [13] Smith P R, Porter W J, Kralik W J *et al.* *Effect of a Post-Consolidation Heat Treatment on the Tensile and Creep Behavior of Ti-22Al-23Nb*[M]. UK: Woodhead Publishing Ltd, 1995: 731
- [14] Ward C H, Williams J C, Thompson A W *et al.* In: Lacombe P, Tricot R, Beranger G eds. *1988` Proceedings of 6th World Conference on Titanium*[C]. France: J de Physique Les Ulis, 1989: 1103

Microstructure and Mechanical Properties of Ti-22Al-25Nb Alloy during Hot Mechanical Processing

Ma Xiong¹, Zhang Jianwei¹, Liang Xiaobo¹, Zeng Weidong²

(1. Central Iron and Steel Research Institute, Beijing 100081, China)

(2. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

Abstract: The microstructure and mechanical properties of Ti-22Al-25Nb alloy was investigated and the effects of the forging, solution and aging temperature on the mechanical properties were discussed. Results show that as the isothermal forging temperature increases, the strength and ductility of the alloy increase at first and then decrease. When the solution is conducted in O+B2 region, as the solution temperature increases, the increasing B2 volume and decreasing particle amount are the main reason for high ductility of the alloy. When the solution is conducted in α_2 +B2+O region, the decrease of lamellar thickness is beneficial for the strength increasing while the large B2 grain size and fine lamella are harmful for the ductility. The phase volume, morphology and size have a significant influence on the mechanical properties of the alloy. A basic principle to improve the tensile property of the alloy is isothermal forging nearby the B2-transus in order to control the amount of the particles and the B2 grain size, and the subsequent aging is at low temperature to obtain fine lamella.

Key words: Ti₂AlNb alloy; microstructure; hot treatment; mechanical properties

Corresponding author: Ma Xiong, Ph. D., High Temperature Materials Research Institute, Central Iron and Steel Research Institute, Beijing 100081, P. R. China, Tel: 0086-10-62181009, E-mail: mxnwpw@163.com