TiB_w 对高温钛基复合材料基体的强化作用研究

孙世臣，田玉晶，胡　辰，方晓英，赵而团

（山东理工大学，山东　淄博　255022）

摘　要：以名义成分为 Ti-6Al-4Sn-10Zr-1Mo-1Nb-1W-0.3Si 的基体钛合金和 3%（体积分数）TiB_w 增强高温钛基复合材料为研究对象，采用纳米压痕法对比分析了 TiB_w 对基体的强化作用。结果表明：3% TiB_w 增强钛基复合材料基体的平均微区硬度为 6.18 GPa，较无增强相的基体钛合金提升 14.4%；通过分别对比不同厚度 α 层片处以及距离 TiB_w 远近不同位置的硬度，发现 TiB_w 增强高温钛基复合材料基体微区硬度的提升主要源于增强相 TiB_w 引起的基体组织细化，以及靠近 TiB_w 增强相区域的基体受压缩变形时易于受阻；添加 TiB_w 后使得基体微观组织不均匀，导致硬度离散度较大。

关键词：钛基复合材料；TiB_w；纳米压痕；硬度；强化作用

中图分类号：TG146.23　　**文献标识码：**A　　**文章编号：**1009-9964(2020)03-015-05

Study on Strengthening Effect of TiB_w on Matrix in High Temperature Titanium Matrix Composites

Sun Shichen, Tian Yujing, Hu Chen, Fang Xiaoying, Zhao Ertuan

(Shandong University of Technology, Zibo 255022, China)

Abstract: The micro-zone hardness of titanium alloy matrix of Ti-6Al-4Sn-10Zr-1Mo-1Nb-1W-0.3Si and 3vol% TiB_w reinforced high temperature titanium matrix composites were investigated by nano-indentation, respectively. The results show that the average hardness of titanium matrix composites is 6.18 GPa, which is higher than titanium alloy matrix by 14.4%. By comparing the hardness with different thickness of α lamellar and the hardness with different distances to the TiB_w respectively, it is found that the TiB_w reinforced high temperature titanium matrix composites present higher hardness than the titanium alloy matrix. The reason is that the matrix microstructure is refined by TiB_w and the deformation of matrix near the TiB_w is easy to be blocked. The hardness data show a large dispersion due to the inhomogeneous microstructure caused by the addition of TiB_w.

Key words: titanium matrix composites; TiB_w; nano-indentation; hardness; strengthening effect

高温钛合金具有低密度、耐蚀性好、高温性能优异等特点，在航空航天领域应用十分广泛[1,2]。纵观高温钛合金的发展历史，其使用温度一直难以突破 600 ℃的热障温度，极大限制了其在高温环境中的应用[3]。研究发现[4,5]，在钛合金基体中加入增强相可以提高高温强度，改善抗蠕变性能，从而提高其使用温度。增强相的引入会对材料的力学性能产生影响，目前增强相强化机理的相关研究主要是通过宏观力学性能表征，关于增强相对复合材料基体微区力学性能影响的研究较少[6-8]。传统的显微硬度计虽然可以测量材料较小区域的硬度，但是由于压头施加的压力较大，可能会同时压到增强相和基体组织，因而通过常规的硬度测试方法难以对基体组织的力学性能进行单独表征[9]。纳米压痕法可以对材料进行微纳米尺度的力学性能测试，逐渐成为材料微观性能测试的常规手段[10]。本研究利用纳米压痕法对比分析 TiB 晶须（TiB_w）增强高温钛基复合材料及其基体钛合金的微区性能差异，从微观组织与性能角度揭示添加 TiB_w 对基体钛合金的强化机理，以

收稿日期：2020－01－19
基金项目：山东省自然科学基金资助项目（ZR2017MEE038）
通信作者：赵而团（1976— ），男，博士，副教授。

掌握材料微区力学性能和显微组织之间的内在关系，为高温钛基复合材料的开发提供一定的理论基础。

1 实 验

采用真空非自耗电弧熔炼制备名义成分为 Ti-6Al-4Sn-10Zr-1Mo-1Nb-1W-0.3Si 的基体合金和 3%（体积分数，下同）TiB_w增强的高温钛基复合材料。为保证成分的均匀性，铸锭熔炼 3 次并进行 600 ℃ ×8 h/AC 的均匀化退火。采用线切割从铸锭中心位置切取尺寸为 10 mm×10 mm×4 mm 的试样，用 80#~2000#砂纸从粗到细依次打磨，并进行抛光。采用纳米压痕试验仪（Nodo-Identer XP，Agilent company）进行硬度测试，压头为 Berkovich 型三棱锥式金刚石压头。纳米压痕试验采用连续刚度测量法，加载过程中样品表面平整无异物，并与压头压入方向保持垂直。加载应变速率为 0.01 s^{-1}，恒定载荷为 100 mN，保载时间为 15 s。试验设定 6×6 的压痕点阵，相邻点的间隔为20 μm，以保证压痕之间不会互相影响。纳米压痕测试完成后，采用 Quanta Feg 250 场发射电子显微镜进行压痕形貌和显微组织观察，并根据截线法原理运用 ImageJ Pro 软件统计组织中各相的尺寸。采用 Instron 万能材料试验机进行室温压缩试验，压缩试样尺寸为 ϕ4 mm×6 mm，应变速率为 5×10^{-4} s^{-1}。

2 结果与分析

2.1 显微组织

图 1 为基体钛合金和 TiB_w增强钛基复合材料的铸态显微组织。未添加增强相的钛合金基体组织中（图 1a、b），α 层片尺寸较大，间距约为 3 μm，长度为 35 μm，另有少部分 α 层片在凝固过程中由于生长速度过快长度达到 200 μm。TiB_w增强钛基复合材料的基体组织由层片 α 相和片层间 β 相组成，TiB_w在基体中分布较均匀（图 1c、d）。与未添加 TiB_w的基体钛合金相比，α 层片间距减小，约为 1.5 μm，长度约为 20 μm。散布的 TiB_w一方面作为 α 相的形核质点，有利于提高其形核率，另一方面 TiB_w能够细化原始 β 晶粒，β 晶界增多也可以作为 α 相的形核质点，从而细化 α 相集束尺寸[11]。

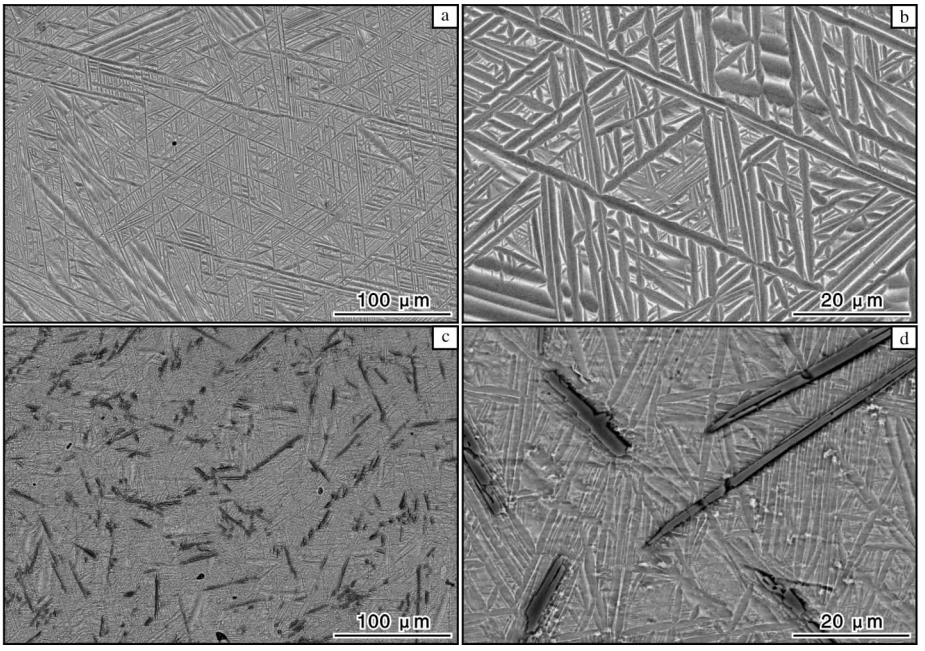

图 1 基体钛合金及 TiB_w增强钛基复合材料的铸态显微组织

Fig. 1 Microstructures of as-cast titanium alloy matrix（a，b）and TiB_w titanium matrix composite（c，d）

2.2 微区硬度及分析

图 2 为基体钛合金和 TiB_w增强钛基复合材料的 6×6压痕点阵形貌及其对应的载荷-位移曲线。为便于描述点阵中的不同点，将各点行数用数字标记，列数用字母标记，每个点的位置用列行数标记，如 A1 点。图 2a 中点阵所处位置组织为不同取向以及不同厚度的 α 层片，图 2c 中点阵所处位置组织除了不同取向以及厚度的 α 层片外，还存在增强相 TiB_w的堆积。从图 2b 和图 2d 中的载荷-位移曲线可以看出，TiB_w增强钛基复合材料的载荷-位移曲线离散度较大，

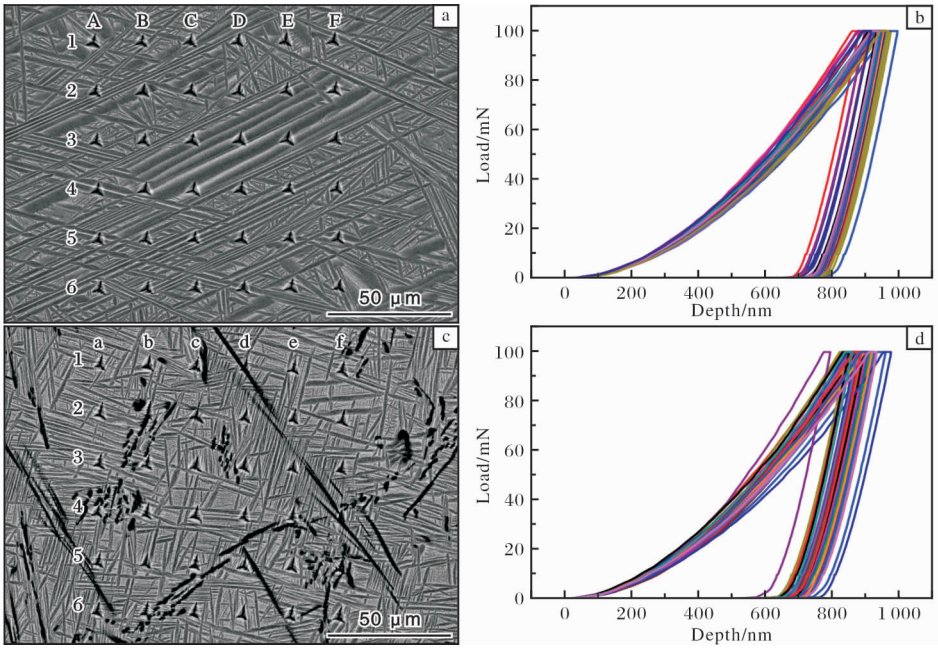

图 2　基体钛合金和 TiB_w增强钛基复合材料的压痕点阵分布及载荷-位移曲线

Fig. 2　Indentation lattice distribution and load displacement curves: (a) lattice distribution of titanium alloy matrix; (b) load displacement curves of titanium alloy matrix; (c) lattice distribution of TiB_w titanium matrix composite; (d) load displacement curves of TiB_w titanium matrix composite

这是由于有些压痕点距离 TiB_w增强相太近，部分点压在 TiB_w增强相上，导致载荷-位移曲线发生较大偏离。

在统计硬度时，将压痕点在 TiB_w上的异常硬度值去除。图 3 为基体钛合金和 TiB_w增强钛基复合材料的硬度分布。从统计结果来看，TiB_w增强钛基复合材料的基体硬度平均值为 6.18 GPa，相比基体钛合金的硬度(5.40 GPa)提高了 14.4%。经计算，基体钛合金硬度值的标准差为 0.57，而 TiB_w增强钛基复合材料硬度值的标准差为 0.66，说明即使剔除了异常点，钛基复合材料的硬度离散程度也要比基体钛合金大。

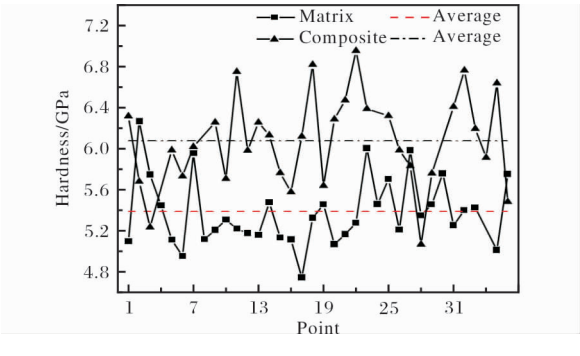

图 3　基体钛合金和 TiB_w增强钛基复合材料的硬度分布图

Fig. 3　Hardness distribution of titanium alloy matrix and TiB_w titanium matrix composite

为研究基体钛合金和 TiB_w增强钛基复合材料二者硬度的差异，取硬度值和平均值最接近的压痕进行对比。基体钛合金取图 2a 中的 C3 点，复合材料取图 2c 中的 c4 点，其压痕形貌如图 4 所示。基体钛

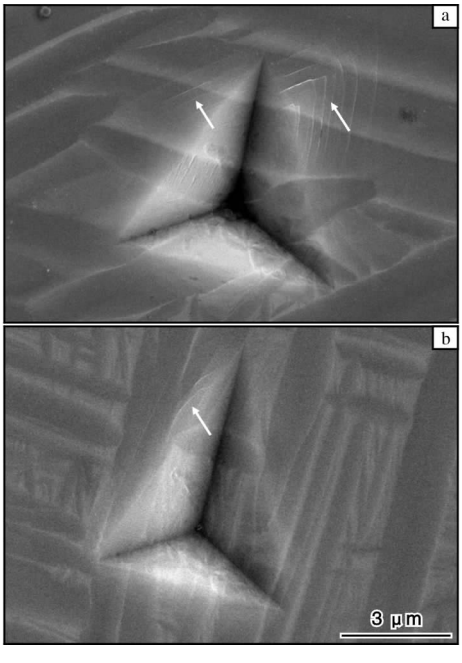

图 4　基体钛合金 C3 点及钛基复合材料 c4 点压痕形貌

Fig. 4　Indentation morphologies of C3 point in titanium alloy matrix and c4 point in titanium matrix composite

合金压痕周围的组织呈现出“水纹状”痕迹(图 4a 箭头所示)，这主要是由于压头附近的材料发生塑性变形而产生[12,13]。基体钛合金的硬度压痕面积明显大于钛基复合材料，表明前者的塑性好于后者，在相同的载荷下更容易进行塑性变形。这是由于基体钛合金组织中 α 层片的厚度较大，相界数量较少，载荷在相邻的两相之间传递时受到的阻碍更小。钛基复合材料中因添加 TiB_w 细化了 α 层片，产生的细晶强化作用使得硬度提高。

为进一步证明 α 层片厚度对纳米压痕硬度的影响，取图 2a 中的 D3、E3、E4 和 C5 点，其载荷-位移曲线如图 5 所示。

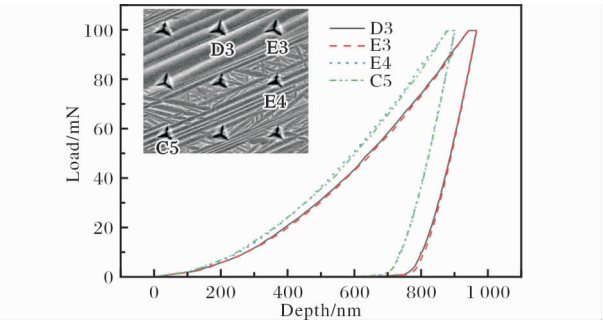

图 5 D3、E3、E4 和 C5 点载荷-位移曲线

Fig. 5 Load displacement curves of D3, E3, E4, and C5 point

D3 和 E3 点的硬度分别为 5.13、5.15 GPa，平均值为 5.14 GPa；E4 和 C5 点的硬度分别为 6.01、5.99 GPa，平均值为 6.00 GPa。从图 5 可见，α 层片厚度越小，硬度越大。硬度出现差异的原因在于 E4 和 C5 处的 α 相集束尺寸比 D3 和 E3 处的细小，细小的集束内相界数量较多，在变形时能够有效阻碍位错的滑移[14-16]，因此硬度相对较高。

根据硬度测量结果，TiB_w 增强钛基复合材料的硬度离散度较大，而这种离散度与添加的 TiB_w 增强相有关。为进一步探究 TiB_w 的影响，将靠近增强相 TiB_w 的压痕点归类为 A 类点，远离增强相 TiB_w 的压痕点归类为 B 类点，如图 6a 所示。选取图 2c 中 TiB_w 附近的 e2、a3、b4、d4、c6 点和其相邻的 e1、a2、b5、c4、d6 点，分别统计其硬度，结果见图 6b。从图 6b 可知，靠近 TiB_w 处硬度平均值为 6.49 GPa，远离 TiB_w 处硬度平均值为 6.08 GPa，可见 TiB_w 附近基体的硬度值更高。这是由于 TiB_w 既可以作为 α 相结晶核心，细化 α 片层，同时也可以阻碍其他 α 相的长大，导致 TiB_w 附近 α 片层要比其他部位的细小。除此之外，TiB_w 本身是一种硬质相，当压头在其附近下压时，也起到一种阻碍变形的强化作用，使得外加载荷在 TiB_w 附近传递更难进行，提高了材料的抗塑性变形能力，表现为材料的硬度值增大。因此，TiB_w 增强钛基复合材料硬度值离散度较大的原因主要是由于 TiB_w 的添加导致材料微观组织不均匀引起的。

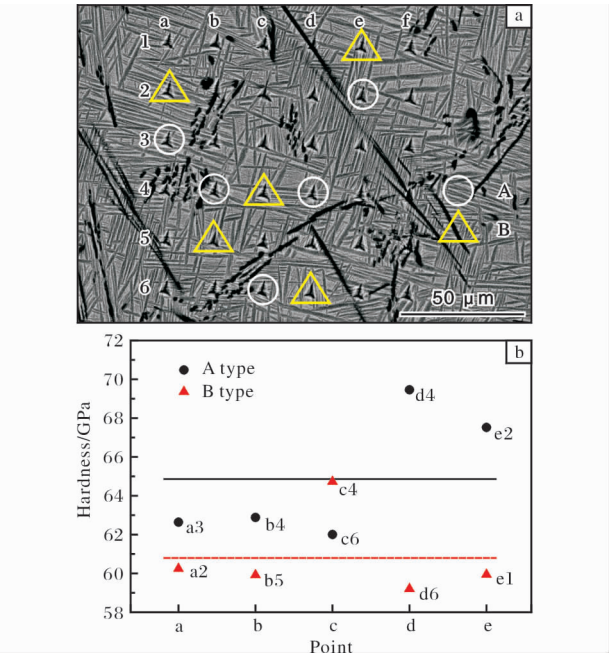

图 6 TiB_w 增强钛基复合材料中不同类型的压痕点及其硬度分布图

Fig. 6 Different types of indentation points and hardness distribution of TiB_w titanium matrix composite

2.3 室温压缩性能

图 7 为基体钛合金和钛基复合材料的室温压缩应力-应变曲线。由于 2 种材料均无明显的屈服变形阶段，因此取塑性变形为 0.2% 对应的应力值作为材

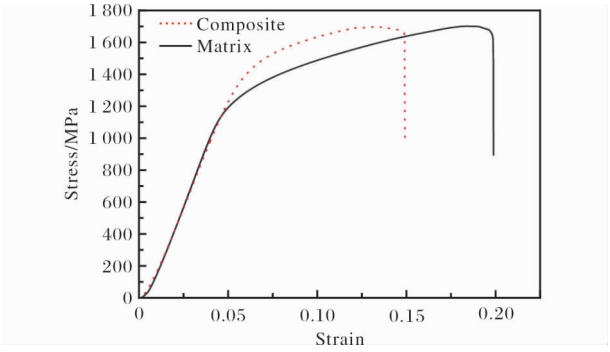

图 7 基体钛合金和 TiB_w 增强钛基复合材料的压缩应力-应变曲线

Fig. 7 Compression stress-strain curves of titanium alloy matrix and TiB_w titanium matrix composite

料的屈服强度。TiB_w增强钛基复合材料的屈服强度为 1 310 MPa，相比基体钛合金的屈服强度(1 099 MPa)提高了 19.2%。该结果与微区硬度测量结果一致。相比之下，添加 TiB_w后钛基复合材料的压缩强度并未得到提高，且塑性较差。这是由于在压缩变形时 TiB_w仅起到载荷传递强化作用，使材料屈服强度提高，但对压缩强度并无明显增强效果。另外，TiB_w作为一种硬质增强相，本身的塑性较差，因此加入后导致材料塑性降低。

3　结　论

(1)在 Ti-6Al-4Sn-10Zr-1Mo-1Nb-1W-0.3Si 基体合金中添加 TiB_w得到钛基复合材料，其组织相比基体钛合金得到细化，α 相集束尺寸减小。

(2)3% TiB_w增强钛基复合材料的纳米压痕平均硬度约为 6.18 GPa，较基体钛合金提高约 14.4%。

(3)TiB_w钛基复合材料的纳米压痕硬度离散度大于基体钛合金，其主要原因是添加 TiB_w后导致组织不均匀，即靠近 TiB_w部位的硬度高，远离 TiB_w部位的硬度低。

(4)TiB_w增强钛基复合材料的屈服强度为 1 310 MPa，相比基体钛合金的屈服强度提高了 19.2%。

参考文献

[1] 刘莹莹，陈子勇，金头男，等. 600 ℃高温钛合金发展现状与展望[J]. 材料导报，2018，32(6)：1863－1869.

[2] 黄栋，杨绍利，马兰，等. 高温钛合金的研究现状及其发展[J]. 钢铁钒钛，2018，39(1)：60－66.

[3] 霍东兴，梁精龙，李慧，等. 钛合金研究及应用进展[J]. 铸造技术，2016，37(10)：2065－2066.

[4] Ma X Z, Chai L H, Liu Y Y, et al. TiB whiskers stimulated the dynamic recrystallization behavior[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2020, 812: 152152.

[5] 贾宝华，刘翔，顾永强，等. Yb_2O_3 对 Ti-1100 铸态合金高温力学性能的影响[J]. 材料导报，2020，34(4)：4087－4092.

[6] 吕智丹，冯弘，张树志，等. C 元素添加对近 β 钛合金显微组织及力学性能的影响[J]. 钛工业进展，2019，36(5)：18－22.

[7] 李楠，朱绍祥，王磊，等. 热处理对 TC19 钛合金 β 晶粒尺寸和拉伸性能的影响[J]. 钛工业进展，2019，36(6)：31－35.

[8] Feng H B, Jia D C, Zhou Y. Influence factors of ball milling process on BE powder for reaction sintering of TiB/Ti-4.0Fe-7.3Mo composite[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2007, 182(1－3): 79－83.

[9] 周亮，姚英学. 微纳米尺度压痕硬度尺寸效应的研究进展[J]. 哈尔滨工业大学学报，2008，40(4)：597－602.

[10] 牛晓燕. 动态纳米压痕研究进展[C]//中国力学大会论文集(CCTAM 2019). 北京：中国力学学会，2019：2660－2666.

[11] 孟瑶，黄利军，张明杰，等. 硼对 Ti-1023 合金组织与性能的影响[J]. 钛工业进展，2016，33(4)：26－30.

[12] 王大勇，张连勇，谌岩，等. 高压高温处理对 TC4 钛合金微观力学性能的影响[J]. 金属热处理，2016，41(2)：143－146.

[13] 隋楠，曹京霞，黄旭，等. 合金成分对 TA15 钛合金组织及力学性能的影响[J]. 航空材料学报，2019，39(1)：48－54.

[14] 曾立英，洪权，毛小南，等. 不同稀土含量 Ti-600 合金的高周疲劳性能[J]. 钛工业进展，2015，32(6)：23－26.

[15] 李岳，李志刚，何慧娟. 纳米压痕法测量 Ti13Nb13Zr 医用钛合金蠕变应力指数[J]. 科学技术与工程，2019，19(4)：22－26.

[16] 计波，黄光法，毛建伟. 等温挤压变形量对 TiB＋TiC 增强钛基复合材料组织和室温力学性能的影响[J]. 钛工业进展，2018，35(3)：16－21.

专利信息

一种提高 TC4-DT 钛合金棒材两相区断裂韧性的方法

申请号：CN201811408934.3　**申请日**：20181123　**公开(公告)日**：20190108

公开(公告)号：CN109161829A　**申请(专利权)人**：西北有色金属研究院

摘要：本发明将 TC4-DT 钛合金棒材在温度为(T_β－80)～(T_β－20)℃的条件下保温 1～2 h 后炉冷，然后在 500～600 ℃保温 4～8 h 后空冷，其次生 α 相含量增多且组织粗化，裂纹在扩展过程中遇到较厚的片层 α 相而改变扩展路径，同时消耗更多的能量，从而提高了 TC4-DT 钛合金棒材两相区的断裂韧性，最终实现了棒材强度、塑性、断裂韧性的良好匹配。