

热处理对 Ti90 合金冷轧管材组织与力学性能的影响

李思兰, 贾蔚莉, 李倩, 毛成亮, 王可, 张思远, 周伟

(西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

摘要: 采用 LD60 三辊冷轧机制备出规格分别为 $\phi 50 \text{ mm} \times 6 \text{ mm} \times L$ 和 $\phi 67 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times L$ 的 Ti90 合金管材, 研究了退火温度对管材显微组织及力学性能的影响。结果表明: 冷轧态 Ti90 合金管材的显微组织由扭折排列的 α 集束构成, 经 750 °C 退火后形成 α 集束分布均匀的网篮组织, 经 930 °C 退火后形成双态组织; 退火温度对管材的组织特征影响较大, 而轧制变形量仅对管材的 β 晶粒尺寸有一定影响; 随着退火温度的升高, Ti90 合金管材的室温抗拉强度和 -10 °C 低温冲击韧性先降低后升高, 延伸率变化不明显, 且在 930 °C 退火后综合性能最优。

关键词: Ti90 合金; 管材; 热处理; 显微组织; 力学性能

中图分类号: TG166.5; TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1009-9964(2022)05-017-05

Effect of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of Cold Rolled Ti90 Alloy Tube

Li Silan, Jia Weiju, Li Qian, Mao Chengliang, Wang Ke, Zhang Siyuan, Zhou Wei

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

Abstract: LD60 three-roller cold rolling mill was used to prepare the following products: $\phi 50 \text{ mm} \times 6 \text{ mm} \times L$ and $\phi 67 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times L$ Ti90 alloy tubes. The effect of annealing temperature on microstructure and mechanical properties of the tube was studied. The results show that the microstructure of the cold rolled Ti90 alloy tube is arranged by twisting α cluster, and after annealing at 750 °C, a basketweave microstructure with uniform α cluster is formed, and after annealing at 930 °C, a duplex microstructure is formed. The annealing temperature has a greater impact on the structure of the tube, and the rolling deformation only has a certain impact on the grain size of the tube. With the increase of annealing temperature, the tensile strength at room temperature and the impact toughness at -10 °C of Ti90 alloy tube decrease first and then increase, and the elongation does not change significantly, the comprehensive properties are the best after annealing at 930 °C.

Key words: Ti90 alloy; tube; heat treatment; microstructure; mechanical properties

我国常用的海洋工程用钛合金包括 Ti80、TiB-19、TC4ELI、Ti75 等, 现已初步形成了屈服强度 400 ~ 800 MPa 级船用钛合金体系, 可分为低强、中强、高强三类^[1-4]。Ti90 (Ti-Al-Sn-Zr-Mo-V-Nb) 合金是我国近几年自主研发的一种海洋工程用高强韧钛合金^[5], 具有优良的耐海水腐蚀性能及耐油气腐蚀性能。Ti90 合金屈服强度可达到 900 MPa 级, 焊接后无需长时间时效处理, 是集可加工性、可焊性、可

工业化生产为一体的新型海洋工程用钛合金, 具有良好的应用前景。

随着工业的发展, 海洋及石油勘探领域对高强耐蚀合金管材的需求与日俱增^[6-9]。Ti90 合金作为一种新型海洋工程用高强韧钛合金, 研究其管材成形工艺及热处理对其推广应用具有指导性意义。为此, 系统研究了退火温度对 Ti90 合金冷轧管材室温拉伸性能及低温冲击性能的影响, 以期为其组织性能调控及应用提供参考。

1 实验

实验材料为采用真空自耗电弧炉 3 次熔炼的

收稿日期: 2022-07-14

基金项目: 国家重点研发计划项目(2021YFB3700802)

通信作者: 李思兰(1988—), 女, 工程师。

Ti90 合金铸锭, 相变点为 940 °C。铸锭在 β 相区进行 2 火次墩拔锻造, 在 $\alpha + \beta$ 相区进行 3 火次锻造, 制得 $\phi 86$ mm 的棒坯, 机加后获得 $\phi 80$ mm 的光棒。

采用 LG60 二辊斜轧穿孔机制备管坯, 加热温度为 980 °C, 送进角为 10.5°, 制得规格分别为 $\phi 75$ mm \times 8 mm \times L 及 $\phi 77$ mm \times 14 mm \times L 的管坯。对管坯内外表面缺陷修整后进行 700 °C 退火处理, 去除氧化皮后在 LD60 三辊冷轧机上进行一道次开坯轧制, 得到规格分别为 $\phi 65$ mm \times 7 mm \times L 和 $\phi 75$ mm \times 12 mm \times L 的管材, 变形量分别为 24%、14%, 轧制速度分别为 25、35 次/min。对轧制后的管材除油、酸洗后进行 700 °C 退火处理, 去除表面氧化皮后在 LD60 三辊冷轧机上冷轧成规格分别为 $\phi 50$ mm \times 6 mm \times L 和 $\phi 67$ mm \times 10 mm \times L 的成品管材(以下分别简称 $\phi 50$ mm 管材和 $\phi 67$ mm 管材), 轧制变形量分别为 35%、16%, 轧制速度分别为 20、35 次/min。

在 2 种规格的管材上分别截取长度 200 mm 的样管进行热处理, 热处理制度见表 1。热处理后采用线切割法沿管材轴向切取金相试样(6 mm \times 10 mm \times 10 mm)、拉伸试样($\phi 6$ mm \times 44 mm)和冲击试样(5 mm \times 10 mm \times 55 mm)。

去除金相试样表面氧化层后, 用砂纸打磨、抛

光, 再用腐蚀液(配比为 $V(\text{HF}): V(\text{HNO}_3): V(\text{H}_2\text{O}) = 1:2:7$)浸蚀。利用 Olympus PMG3 光学显微镜观察管材横截面显微组织。采用电子万能试验机进行拉伸性能测试。在 -10 °C 进行低温冲击试验。采用 JSM-6460 扫描电子显微镜(SEM)观察冲击断口形貌。

表 1 Ti90 合金管材的热处理制度

Table 1 Heat treatment processes of Ti90 alloy tube

No.	Heat treatment process
1 [#]	700 °C/1 h/AC
2 [#]	750 °C/1 h/AC
3 [#]	880 °C/1 h/AC
4 [#]	930 °C/1 h/AC

2 结果与分析

2.1 微观组织

图 1 为 2 种规格 Ti90 合金管材冷轧态的显微组织。从图 1 可以看出, 冷轧态 Ti90 合金管材的显微组织主要由扭折排列的 α 集束构成。与 $\phi 67$ mm 管材相比, $\phi 50$ mm 管材的晶粒尺寸更小, 晶粒破碎更均匀, 说明轧制变形量对 Ti90 合金晶粒尺寸的影响较为明显。

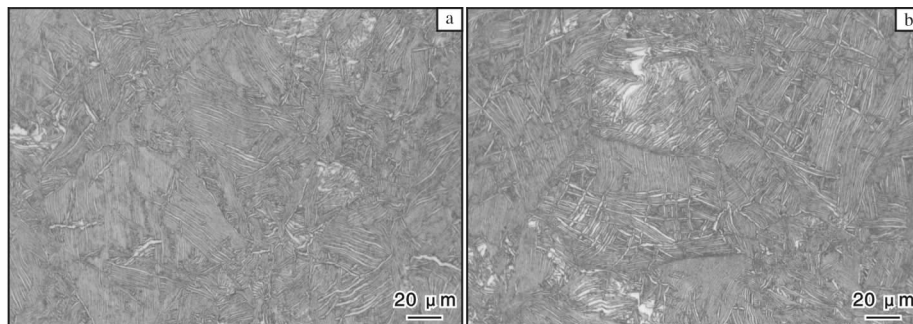


图 1 冷轧态 Ti90 合金管材的显微组织

Fig. 1 Microstructures of cold rolled Ti90 alloy tubes: (a) $\phi 50$ mm; (b) $\phi 67$ mm

图 2 为 $\phi 50$ mm 管材经不同温度退火后的显微组织。700 °C 退火后, $\phi 50$ mm 管材组织变化不明显, 仍可见大量不同集束取向的扭折片层 α 相(图 2a), 但相比冷轧态组织趋于均匀化。退火温度升高至 750 °C 时, α 片层分布逐渐均匀, 形成交织状分布的网篮组织(图 2b)。退火温度升高至 880 °C 时, α 片层有球化趋势, 但仍能观察到 α 集束的取向性排列(图 2c)。当退火温度升高至 930 °C 时, 该温度接近合金相变点, 显微组织呈现出双态组织形貌,

由 β 转变组织和球状 α 相构成(图 2d)。

图 3 为 $\phi 67$ mm 管材经不同温度退火后的显微组织。700 °C 退火后, 显微组织与冷轧态变化不大, 存在不同集束取向的扭折片层 α 相(图 3a)。750、880 °C 退火后, 不均匀扭折片层 α 相完全消失, 呈现典型的网篮组织(图 3b、3c), 说明较高的退火温度更有利于轧制管材的组织均匀化。930 °C 退火后, 显微组织转变为双态组织, 由次生 α 层片集束和球状 α 相构成(图 3d)。

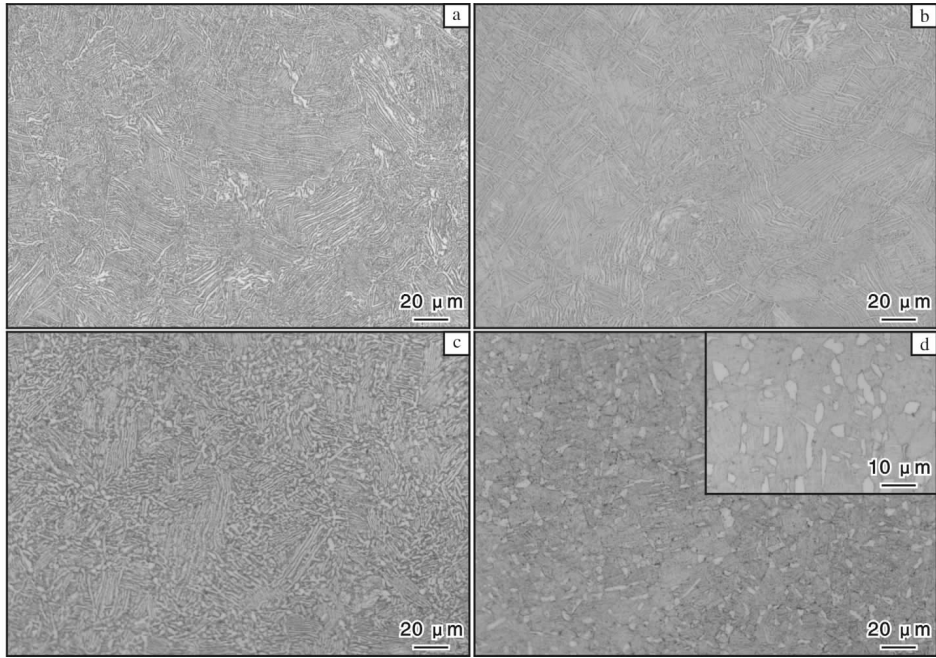


图2 $\phi 50$ mm Ti90 合金管材经不同温度退火后的显微组织

Fig. 2 Microstructures of Ti90 alloy tubes with $\phi 50$ mm after annealing at different temperatures: (a) 700 °C; (b) 750 °C; (c) 880 °C; (d) 930 °C

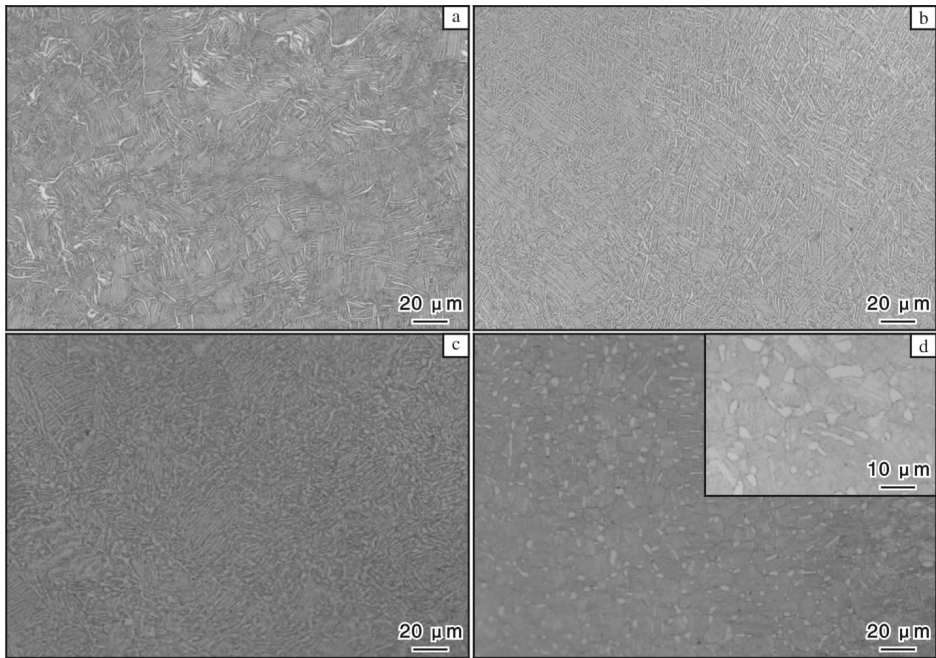


图3 $\phi 67$ mm Ti90 合金管材经不同温度退火后的显微组织

Fig. 3 Microstructures of Ti90 alloy tubes with $\phi 67$ mm after annealing at different temperatures: (a) 700 °C; (b) 750 °C; (c) 880 °C; (d) 930 °C

对比图2d和图3d可以发现， $\phi 50$ mm管材的 β 晶粒尺寸较 $\phi 67$ mm管材更为细小，这与管材的轧制变形量密切相关。随着退火温度的升高，Ti90合金管材显微组织变化显著，由网篮组织逐渐转变为

双态组织，且2种规格管材的组织变化趋势一致，说明管材微观组织受热处理温度的影响比轧制变形量的影响更大，而管材 β 晶粒尺寸大小受轧制变形量的影响比退火温度的影响更大。

2.2 力学性能

图4为Ti90合金管材经不同温度退火后的室温拉伸性能。从图4可以看到,2种规格管材的强度和塑性随着退火温度升高所呈现的变化趋势基本一致,即抗拉强度先降低后升高,屈服强度先降低后趋于稳定(图4a),断面收缩率升高,延伸率无明显变化(图4b)。 $\phi 50$ mm管材和 $\phi 67$ mm管材的室温抗拉强度均在750℃退火后最低,在930℃退火后最高,分别为970、990 MPa。

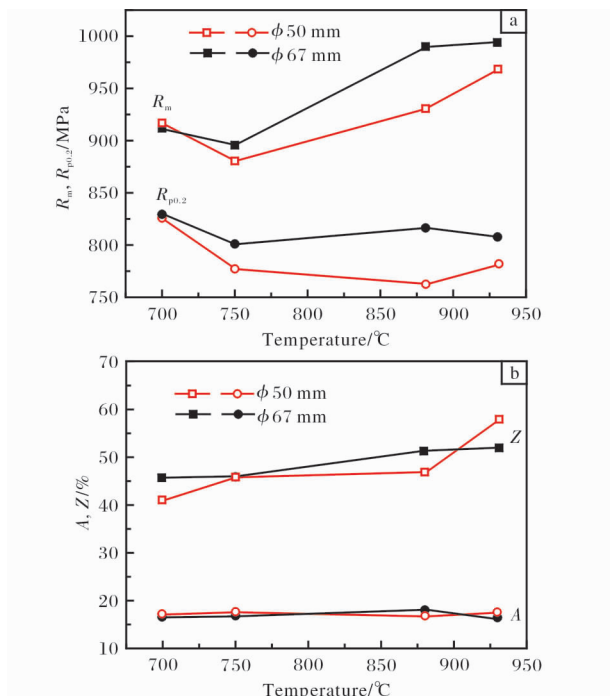


图4 Ti90合金管材室温拉伸性能随退火温度的变化曲线

Fig. 4 Curves of room temperature tensile properties vs. annealing temperatures of Ti90 alloy tubes: (a) tensile strength; (b) tensile plasticity

图5为不同温度退火后Ti90合金管材的-10℃低温冲击性能。从图5可以看出, $\phi 50$ mm管材的-10℃冲击性能明显高于 $\phi 67$ mm管材,其在930℃退火后的冲击吸收能量可达约80 J/cm²。相比之下, $\phi 50$ mm管材表现出较好的室温塑性和低温韧性,但室温强度不及 $\phi 67$ mm管材。

管材在750℃退火后强度及韧性均较差,而在930℃高温退火后抗拉强度和韧性均大幅提高。结合显微组织分析,750℃退火后组织为网篮组织,930℃退火后为双态组织。一般来说^[10, 11],网篮组织具有更高的强度,但塑性及冲击韧性较差;双态组织具有更高的塑性,但强度不及网篮组织。在钛

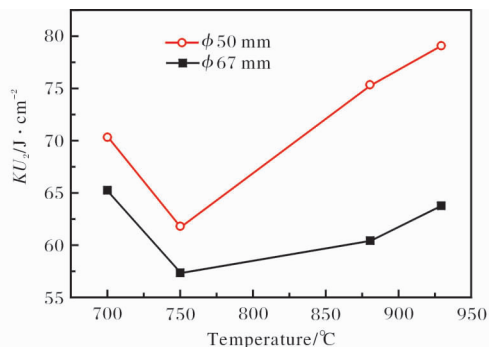


图5 Ti90合金管材的-10℃冲击性能随退火温度的变化曲线

Fig. 5 Curves of impact properties at -10℃ vs. annealing temperatures of Ti90 alloy tubes

及钛合金管材制备过程中,由于设备及工艺限制,穿管温度大多需高于相变点^[12],再经冷轧后组织中均为扭折排列的 α 集束,需要进行热处理调控组织与性能。本实验中,管材经930℃退火后获得双态组织,该组织不仅具有比网篮组织更高的强度以及冲击韧性,还维持了较高的塑性。这是由于该双态组织由细小的次生 α 集束和球状 α 相组成,次生 α 集束和球状 α 相增加了裂纹扩展路径的曲折程度,从而提高了合金的强度及韧性。

2.3 断口形貌

图6为 $\phi 50$ mm管材经不同温度退火后的低温冲击断口形貌。从宏观形貌可以看出,冲击断口较为平整,有明显的纤维区、放射区和剪切唇。相较750℃退火后的冲击断口宏观形貌(图6c),700、880、930℃退火后的冲击断口(图6a、6e、6g)放射区放射形貌更为明显,其中930℃退火后的冲击断口放射花样最为清晰。

从微观形貌可以看出,退火后的Ti90合金管材断口均为韧性断口,由细小的等轴韧窝和撕裂棱构成,表现出穿晶断裂的特征。700℃退火后,断口中有二次裂纹存在(图6b),这是由于扭折排列的 α 集束变形不协调,产生应力集中,裂纹在扩展中发生偏转,出现二次裂纹^[13],同时合金表现出较好的冲击韧性。750℃退火后,断口整体表现为韧性断口(图6d),此时的显微组织为均匀细小的网篮组织, α 相片层较长,与 β 基体的协调变形能力弱,相应的冲击韧性较低。有文献指出^[14, 15],粗大的片层组织在外力作用下由 α 集束承受变形,变形时裂纹会绕过 α 集束进行扩展,而细片层组织则在较低应变下会发生应变硬化,沿 α 集束界面开裂,因而

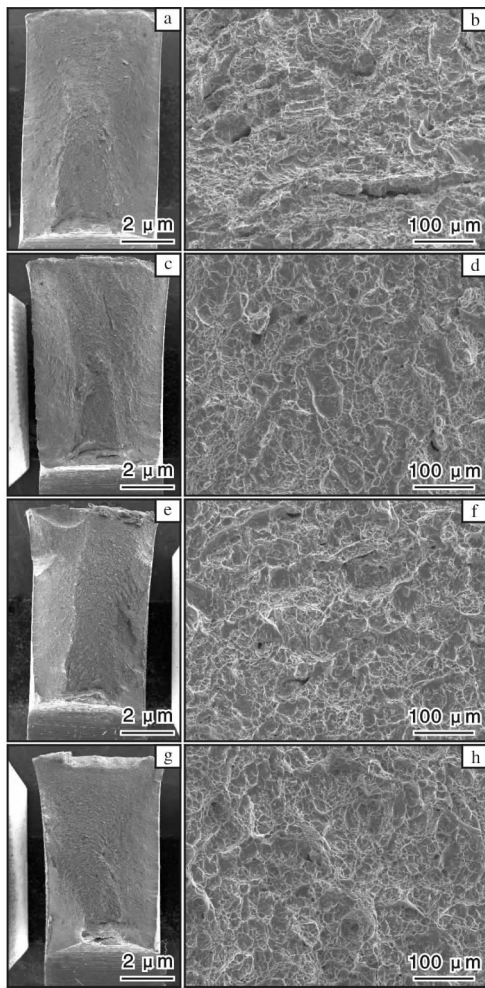


图6 $\phi 50$ mm 管材经不同温度退火后的冲击断口形貌

Fig. 6 Fracture morphologies of $\phi 50$ mm tubes after annealing at different temperatures; (a, b) 700 °C; (c, d) 750 °C; (e, f) 880 °C; (g, h) 930 °C

表现出较低的断裂韧性。880 °C 和 930 °C 退火后, 冲击断口由等轴韧窝和撕裂棱构成(图 6f、6h), 为韧性断裂, 且 930 °C 退火后的断口韧窝更细小, 部分韧窝更深, 因而表现出更高的冲击韧性。

3 结论

(1) Ti90 合金管材经 700 °C 退火后组织变化不明显, 经 750 °C 退火后为网篮组织, 880 °C 退火后组织中出现球化不完全的层片状 α 相, 930 °C 退火后为细密交织的次生 α 集束及少量球状 α 相构成的双态组织。

(2) $\phi 50$ mm 管材比 $\phi 67$ mm 管材的 β 晶粒尺寸更小, 且随着退火温度的升高, α 相的球化效果更显著。退火温度对管材的组织特征影响较大, 而轧

制变形量仅对管材的 β 晶粒尺寸有一定影响。

(3) 随着退火温度的升高, Ti90 合金管材的室温抗拉强度和 -10 °C 低温冲击韧性先降低后升高, 延伸率变化不明显。Ti90 合金管材经 930 °C 退火后综合性能最优。

参考文献 References

- [1] 陈军, 赵永庆, 常辉. 中国船用钛合金的研究和发展[J]. 材料导报, 2005, 19(6): 67-70.
- [2] 杨英丽, 苏航标, 郭荻子, 等. 我国舰船钛合金的研究进展[J]. 中国有色金属学报, 2010, 20(S1): s1002-s1007.
- [3] 钱江, 赵满. 美国舰船钛合金海水管路设计考虑与陆上试验研究[J]. 舰船科学技术, 2018, 40(8): 153-157.
- [4] 江志强, 杨合, 詹梅, 等. 钛合金管材研制及其在航空领域应用的现状与前景[J]. 塑性工程学报, 2009, 16(4): 44-50.
- [5] 西北有色金属研究院. 一种海洋工程用高强韧钛合金: CN201710798608.7[P]. 2018-01-05.
- [6] 余志远, 于振涛, 刘汉源, 等. 钛合金无缝管材的研制与应用现状[J]. 热加工工艺, 2018, 47(9): 6-9.
- [7] 庞继明, 肖雅静, 曲恒磊, 等. 不同方法制备的钛及钛合金管坯组织与性能研究[J]. 钛工业进展, 2010, 27(4): 34-36.
- [8] 董盼, 朱世东, 李金灵, 等. 钛合金及其油井管耐蚀性能研究进展[J]. 钛工业进展, 2021, 38(2): 42-48.
- [9] 肖国章. 钛合金油井管的生产加工工艺研发现状[J]. 钢管, 2018, 47(2): 9-15.
- [10] 孙志杰, 李士凯, 王洋, 等. 退火温度对 Ti80 合金组织及力学性能的影响[J]. 热加工工艺, 2019, 48(10): 189-192.
- [11] 罗锦华, 朱燕丽, 孙小平, 等. 热加工及热处理工艺对 Ti80 合金棒材组织和性能的影响[J]. 钛工业进展, 2016, 33(2): 20-24.
- [12] 肖雅静, 徐先泽, 张树启, 等. 斜轧穿孔法制备 TC4 合金管坯[J]. 稀有金属快报, 2008, 27(1): 29-32.
- [13] 刘莹莹, 张君彦, 王梦婷, 等. TC18 钛合金棒材和锻件的冲击性能及断口分析[J]. 稀有金属, 2019, 43(8): 891-896.
- [14] Sen M, Suman S, Banerjee T, et al. Tensile deformation mechanism and failure mode of different microstructures in Ti-5Al-5Al-5V-3Cr alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2019, 753: 156-167.
- [15] 朱红, 温鑫, 万明攀, 等. TC21 钛合金的全片层组织和冲击性能研究[J]. 钛工业进展, 2020, 37(3): 1-5.