

双重时效对 TC29 钛合金显微组织的影响

尹雁飞^{1,2}, 贾蔚菊², 李思兰², 毛成亮², 应扬², 毛小南², 赵永庆^{1,2}

(1. 西北工业大学, 陕西 西安 710072)

(2. 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

摘要: 采用 OM、SEM、TEM 等分析方法, 结合不同的热处理工艺, 系统分析了双重时效处理对含有初生 α 相 TC29 钛合金的显微组织的影响。结果表明: 经两相区固溶及时效后, TC29 钛合金中析出的次生 α 相尺寸可达到亚微米级。对于 895 °C 固溶处理的 TC29 钛合金, 单重时效后析出的主要是尺寸为 100~300 nm 的弥散 α 相; 双重时效后 β 转变组织中存在取向近似的“ α 丛簇”, “ α 丛簇”中的次生 α 相呈细板条状; 与单重时效相比, 双重时效处理后 TC29 钛合金的显微硬度并未得到提高, 相反存在小幅度的降低; β 相基体在预时效过程中析出了大量 ω 相, 同时在靠近初生 α/β 相界面处由于合金元素扩散导致局部元素分布不均匀, 因此随后的二次时效过程中在相应位置形成了“ α 丛簇”。

关键词: 近 β 钛合金; 双重时效; 次生 α 相; 显微硬度

中图分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)09-3001-06

近 β 钛合金和亚稳 β 钛合金由于具有良好的成形性和高的比强度, 其作为结构材料被广泛应用于各类航空飞行器的承力部件。相比于 TC4 等两相钛合金, 近 β 钛合金和亚稳 β 钛合金可以通过 ($\alpha+\beta$) 两相区的时效处理促使细小 α 相的析出, 在获得高强度的同时还具有可观的塑性^[1-3]。通过改变热处理的温度、时间、加热/冷却速率可以调控 α 析出相的数量、尺寸、形貌和分布方式, 因此这些因素均显著影响着近 β 钛合金和亚稳 β 钛合金的力学性能^[4-6]。

相比于简单的单重时效, 双重时效可以增加 α 相的形核位置从而使其均匀析出, 实现近 β 钛合金和亚稳 β 钛合金综合力学性能的提升。Schmidt 等^[7]关于 β -C 钛合金的研究表明, 通过设计独特的双重时效, 可以获得均匀分布的 α 析出相, 从而提高合金的拉伸和高周疲劳性能。Furuhara 等^[8]关于 Ti15-3 钛合金的研究表明, 通过双重时效以及较低的时效升温速率, 可以获得尺寸更加细小且分布均匀的 α 相, 使得合金的显微硬度有所提高。Ivasishin 等^[9]通过简单的双重时效处理同样改善了 Ti15-3 钛合金的力学性能, 与单重时效相比, 合金的抗拉强度和断后延伸率同时得到提升。目前大部分关于双重时效处理对钛合金组织和性能影响的研究, 均是基于在 β 单相区固溶处理的钛合金开展的。关于含有初生 α 相的近 β 钛合金和亚稳 β 钛合金的相关研究却鲜有报道, 而两相区固溶+时效

热处理由于没有连续晶界 α 相的形成可以保证部分近 β 钛合金和亚稳 β 钛合金具有良好的强度、塑性和韧性匹配, 因而在大型承力锻件制备中是这一类钛合金的首选热处理制度。

TC29 钛合金是西北有色金属研究院自行研制的一种近 β 钛合金, 其常规性能优于 TC11 合金, 且采用廉价中间合金 Fe-Mo 使得生产成本较 TC11 合金可降低 10%以上。前期已初步探索了合金在不同热处理工艺下组织和性能的变化规律^[10], 但关于时效强化过程中 α 相的析出行为还需深入研究。因此, 开展双时效处理对两相区固溶态 TC29 钛合金组织和性能影响研究, 一方面可以探索初生 α 相的存在对合金时效过程中次生 α 相析出行为的影响; 另一方面有助于进一步改善合金的力学性能, 为实现高性能低成本钛合金的制备提供理论基础。本实验对 TC29 钛合金进行不同工艺的两相区固溶+时效热处理, 对比分析单重时效与双重时效对次生 α 相的形貌和合金显微硬度的影响, 阐述双重时效过程中 TC29 钛合金的相变及组织均匀性变化的原因。

1 实验

实验所采用的材料为西北有色金属研究院自行研制的 3 次真空自耗熔炼 TC29 钛合金。该合金铸锭经开坯、 β 单相区和 ($\alpha+\beta$) 两相区逐级降温锻造加工成

收稿日期: 2018-09-10

基金项目: 国家重点研发计划 (2016YFB0301201); 陕西省重点研发计划 (2017KW-ZD-08)

作者简介: 尹雁飞, 男, 1988 年生, 博士生, 西北工业大学材料科学与工程学院, 陕西 西安 710072, 电话: 029-86250729, E-mail: yyf19882009@163.com

Φ170 mm 的锻坯。锻态显微组织由初生 α 相、细小次生 α 相及 β 基体组成。采用 DSC 法测得该合金的相变点为(905±5) °C。

在锻坯 1/2 半径处沿纵向用线切割切取 Φ10 mm×10 mm 的试样,并对试样进行不同工艺的热处理,分析其对组织及力学性能的影响,具体的热处理工艺见表 1。制备好的金相试样经配比为 V(HF):V(HNO₃):V(H₂O)=1:3:10 的金相腐蚀剂侵蚀后,通过 Olympus PMG3 光学显微镜进行显微组织观察。次生 α 相扫描形貌观察采用 JSM-6460 型扫描电镜。次生 α 相和 ω 相的透射形貌观察采用 JEM-200CX 型透射电镜。同一热处理状态的试样显微硬度值均测试 8~10 次,所用仪器为 Tukon-R2100B 显微硬度测试仪。

2 结果与讨论

2.1 固溶态显微组织及微区成分测试

TC29 钛合金经两相区固溶处理后的金相组织形貌如图 1 所示,由等轴 α 相和 β 基体组成。由于锻坯在两相区变形充分,α 相均匀分布于 β 基体的原始晶界位置并且有效抑制了 β 相的再结晶和晶粒长大,使得 β 基体的尺寸均匀细小。同时,对比分析图 1a 和 1b 可知,随着固溶温度的升高,等轴 α 相更易于长大使得相尺寸增大,同时 β 基体中元素扩散更充分,组织均匀性较好。

2.2 时效态显微组织

图 2 和图 3 分别为 800 °C 固溶(低温固溶)和 895 °C 固溶(高温固溶)的 TC29 钛合金经不同工艺时效后的显微组织形貌。分析可知,经单重时效和双重时效后显微组织均由初生 α 相和 β 转变组织构成。其中经低温固溶及时效处理后的金相组织如图 2a 和 2c 所示,与固溶态显微组织(图 1a)相比其初生 α 相进一步长大,同时少量初生 α 相长大为长棒状。进一步观察扫描形貌(图 2b 和 2d)可知,单重时效和双重时效析出的板条状次生 α 相其形貌无明显差别,长度约 100~1000 nm。

经高温固溶及时效处理后的组织形貌如图 3 所示,与固溶态显微组织(图 1b)相比,由于时效过程中合金元素扩散使得初生 α 相尺寸减小;同时与低温固溶及时效处理后的显微组织相比(图 2b、2d),析出的次生 α 相数量更多且更加细小。进一步观察发现,由于固溶温度接近该合金的 α/β 相变温度,有少量不连续的晶界 α 相形成(如图 3b、3e 所示);单重时效后析出的次生 α 相(如图 3b 所示)尺寸分布不均匀,局部放大后发现在细小弥散 α 相中存在少量尺寸较大的短棒状次生 α 相(如图 3c 所示)。而双重时效后析

表 1 TC29 钛合金的热处理工艺

Table 1 Different heat treatments of TC29 alloy	
No.	Heat treatment
HT1	800 °C/1 h, WQ+580 °C/6 h, AC
HT2	800 °C/1 h, WQ+300 °C/50 h, AC+580 °C/6 h, AC
HT3	895 °C/1 h, WQ+580 °C/6 h, AC
HT4	895 °C/1 h, WQ+300 °C/50 h, AC+580 °C/6 h, AC
HT5	800 °C/1 h, WQ
HT6	800 °C/1 h, WQ+300 °C/50 h, AC
HT7	895 °C/1 h, WQ
HT8	895 °C/1 h, WQ+300 °C/50 h, AC

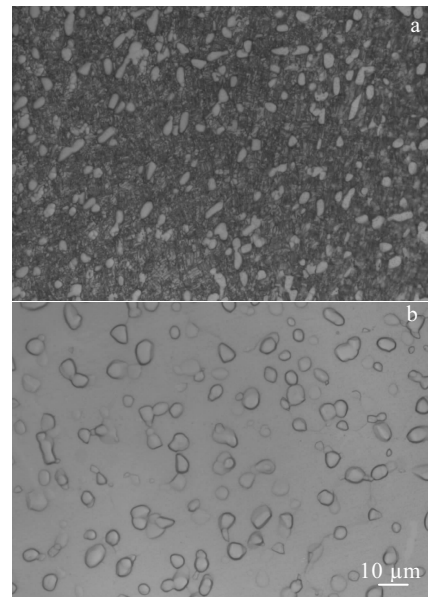


图 1 经不同温度固溶处理的 TC29 钛合金金相组织
Fig.1 OM microstructures of TC29 samples with different solution treatments: (a) 800 °C and (b) 895 °C

出的次生 α 相(如图 3e 所示)局部存在“α 丛簇”;与单重时效不同的是,“α 丛簇”中的次生 α 相呈细板条状(如图 3f 所示)。

图 4 所示为高温固溶及时效处理后 TC29 钛合金的 TEM 形貌,其中经单重时效后弥散析出的次生 α 相为椭球状或短棒状,长度为 100~300 nm,呈随机取向(如图 4a 所示)。而经双重时效后,β 转变组织中除弥散析出短棒状次生 α 相外,局部形成了取向近似的“α 丛簇”,丛簇内的次生 α 相呈细板条状,长度 200~500 nm,宽度仅有约 50 nm(如图 4b 所示);特别是在不连续晶界 α 相的两侧,析出了呈羽毛状的“α 丛簇”,丛簇内的次生 α 相长度为 200~300 nm,尺寸更加细小均匀(如图 4c 所示)。

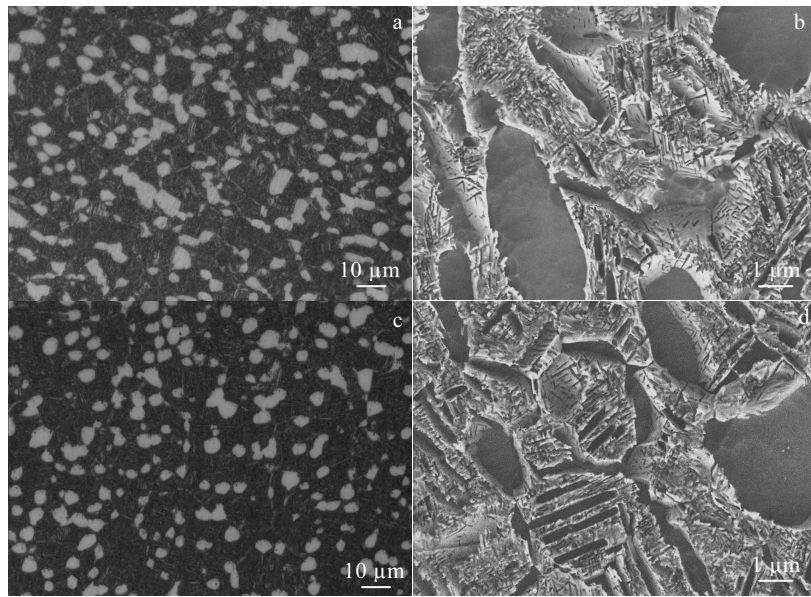


图 2 800 °C 固溶处理的 TC29 钛合金经不同工艺时效后组织的金相和扫描电镜照片

Fig.2 OM and SEM images of TC29 samples treated with different aging treatments after 800 °C solution: (a, b) HT1 and (c, d) HT2

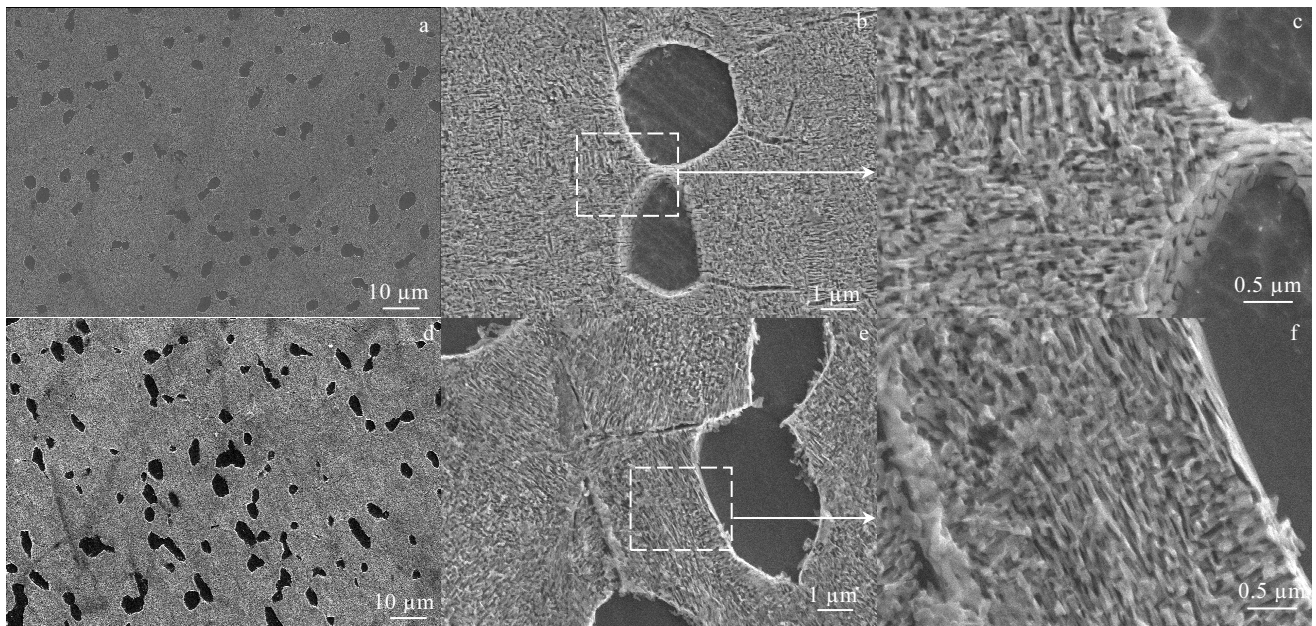


图 3 895 °C 固溶处理的 TC29 钛合金经不同工艺时效后的扫描电镜照片

Fig.3 SEM images of TC29 samples treated with different aging treatments after 895 °C solution: (a~c) HT3 and (d~f) HT4

2.3 显微硬度测试

图 5 所示为 TC29 钛合金经不同工艺热处理后的显微硬度对比。对于低温固溶处理的 TC29 钛合金，后续时效过程中析出的次生 α 相偏少，时效强化效果不明显，相应的显微硬度值仅从时效前的 3509 MPa

提高到了时效后的最高 4076 MPa。而高温固溶及时效处理后，显微硬度值从时效前的 3221 MPa 提高到了时效后的最高 4471 MPa，时效强化对 TC29 钛合金显微硬度的提高程度是低温固溶及时效的 2 倍多。对于不同温度固溶处理的 TC29 钛合金，300 °C 预时效带

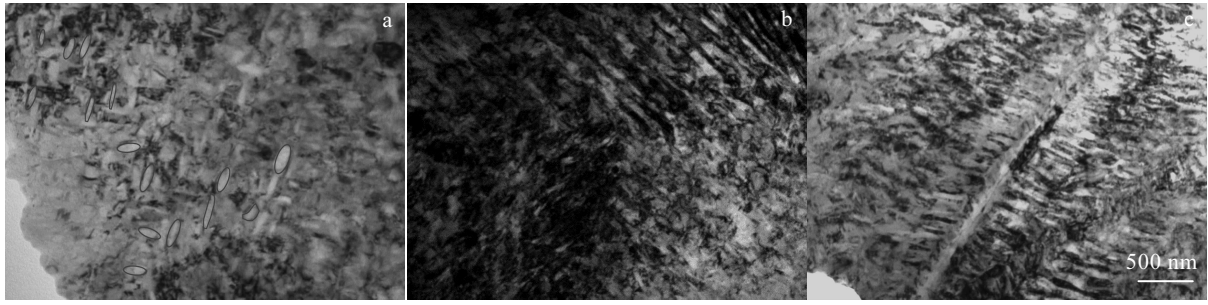


图 4 895 °C 固溶处理的 TC29 钛合金经不同工艺时效后次生 α 相的 TEM 照片

Fig.4 TEM images of secondary α phase in TC29 samples treated with different aging treatments after 895°C solution: (a) HT3 and (b, c) HT4

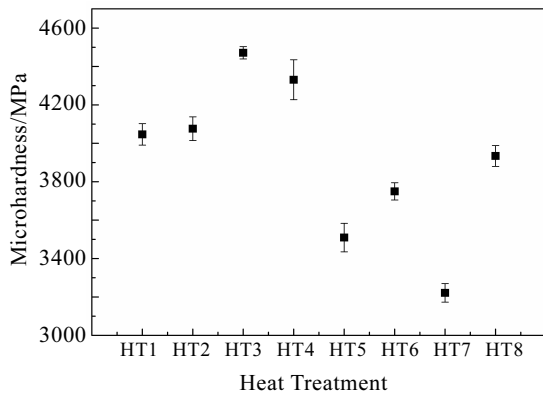


图 5 经不同工艺热处理后 TC29 钛合金的显微硬度对比

Fig.5 Microhardness of TC29 samples with different heat treatments

来的强化作用有着更为显著的差异。其中，对于低温固溶处理的 TC29 钛合金，预时效使得显微硬度值从 3509 MPa 提高到了 3750 MPa；而对于高温固溶处理的 TC29 钛合金，预时效使得显微硬度值从 3221 MPa 提高到了 3934 MPa。另外，与单重时效相比，双重时效处理不仅没有使得 TC29 钛合金的显微硬度得到提高，相反有小幅度的降低。

2.4 预时效过程中的相变分析

近 β 钛合金和亚稳 β 钛合金在时效过程中往往伴随着较为复杂的相变过程，例如 $\beta \rightarrow \beta + \alpha$ 、 $\beta \rightarrow \beta + \omega$ 、 $\beta \rightarrow \beta + \beta'$ 、 $\omega \rightarrow \beta + \alpha$ 等^[11,12]。对于 TC29 钛合金，其 β 稳定系数约为 1.0，属于钼当量较低的近 β 钛合金。但是在两相区固溶处理后，由于初生 α 相的形成其 β 基体中的 Mo 当量一定程度得到提高。图 6a 所示为经高温固溶及 300 °C 预时效处理后 TC29 钛合金 β 相基体

的透射电镜照片，左下角为圆形标记区域内的选区电子衍射花样，在 β 相基体衍射花样的 1/3、2/3 处存在着明显的 ω 相的衍射斑点^[13]。相应的暗场图像（图 6b）表明这些 ω 相尺寸范围在 1~20 nm 之间。进一步观察发现在 β 相衍射花样的 1/2 处存在着模糊的亮带，表明在预时效过程中同样有 α 相的析出^[13]，而相应的 β 基体 SEM 形貌（图 6c）显示并没有较大尺寸的次生 α 相生成，这是由于预时效过程中析出的 α 相与 ω 相尺寸相近，并不容易区分出来。此外，由于初生 α 相与 β 基体中存在元素扩散，使得 ω 析出相在靠近初生 α/β 相界面处分布不均匀（如图 6b 中圆形标记区域所示）。

另外，从图 5 中显微硬度的变化可知，低温固溶处理的 TC29 钛合金在预时效过程中同样存在 ω 相的析出，但预时效对显微硬度值的提升量仅为高温固溶时的 1/3，表明其内析出的 ω 相数量偏少。

2.5 β 转变组织均匀性分析

针对 Ti-1023、Ti-5553、Ti15-3 等亚稳 β 钛合金的研究表明，大量弥散 ω 相的存在使得 ω/β 相界面成为 α 相析出的有利位置，从而促进 α 相的均匀析出，并有助于改善时效后显微组织的均匀性^[13-15]。但对于两相区固溶处理的 TC29 钛合金而言，预时效及 ω 相的形成对 β 转变组织均匀性的影响有所不同。对于低温固溶处理的 TC29 钛合金，预时效及少量 ω 相的析出对次生 α 相的形貌无明显影响。对于高温固溶处理的 TC29 钛合金，与单重时效后的显微组织相比，虽然预时效后有大量细小弥散的 ω 相析出，但是经过二次时效处理后，不仅次生 α 相未有细化，而且在靠近初生 α 相的位置形成了“ α 丛簇”，使得 β 转变组织整体均匀性变差。相应的显微硬度测试结果同样表明双重时效使得合金的显微组织均匀性恶化。如图 5 所示，与单重时效处理（HT3）相比，经双重时效处理（HT4）后 TC29 显微硬度测试值的标准差明显增大。

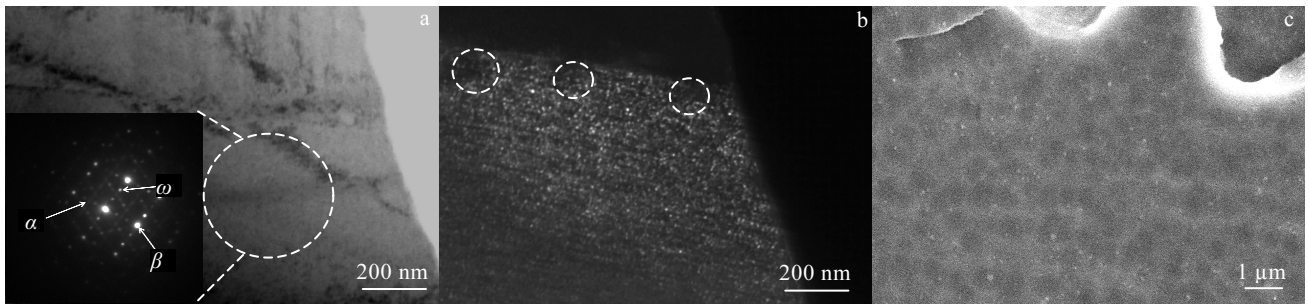


图6 TC29 钛合金经 HT8 热处理后 β 基体和 ω 相的 TEM 照片及 β 基体的 SEM 照片(a 中左下角为标记区域内的选区电子衍射花样)
Fig.6 TEM images of β and ω phase (a, b) and SEM image of β phase (c) in TC29 samples with HT8 heat treatment (the inset is SAED pattern of the marked area in Fig.6a)

此外, 经 HT8 热处理后 TC29 钛合金 β 基体中析出的 ω 相在靠近初生 α/β 相界面处存在局部析出的不均匀(如图 6b 中标记区域所示), 同样表明 β 基体中存在着微区成分的不均匀。因此, 在 300 °C 长时间预时效过程中, 一方面有 ω 相在 β 基体中的弥散析出, 另一方面初生 α 相和 β 基体在靠近 α/β 相界面处存在合金元素扩散, 使得 β 基体中局部 Al 元素含量增加, 随后的二次时效过程中在靠近相界面的局部易于优先析出次生 α 相, 从而形成“ α 丛簇”。

3 结论

1) 经低温固溶处理的 TC29 钛合金, 时效过程中初生 α 相进一步长大, 少量初生 α 相长大为长棒状, 预时效及少量 ω 相的析出对次生 α 相的形貌无明显影响。

2) 经高温固溶处理的 TC29 钛合金, 单重时效后析出的主要为椭球状或短棒状 α 相; 双重时效后 β 转变组织局部存在取向近似的“ α 丛簇”, 丛簇中次生 α 相呈细板条状且尺寸与单重时效析出的次生 α 相相当。双重时效处理后 TC29 钛合金的显微硬度与单重时效相比不仅未得到提高, 相反存在小幅度的降低。

3) 对于高温固溶处理的 TC29 钛合金, β 相基体在预时效过程中析出了大量 ω 相, 同时在靠近初生 α/β 相界面处由于合金元素扩散使得局部元素分布不均匀, 因此在后续二次时效过程中局部形成“ α 丛簇”从而使得 β 转变组织的均匀性变差。

参考文献 References

[1] Boyer R R, Briggs R D. *Journal of Materials Engineering & Performance*[J], 2005, 14(6): 681

- [2] Clément N, Lenain A, Jacques P J. *JOM*[J], 2007, 59(1): 50
- [3] Fanning J C, Fox S P. *Journal of Materials Engineering & Performance*[J], 2005, 14(6): 703
- [4] Li C, Chen J, Li W et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 627: 222
- [5] Balachandran S, Kashiwar A, Choudhury A et al. *Acta Materialia*[J], 2016, 106: 374
- [6] Mantri S A, Choudhuri D, Behera A et al. *Metallurgical & Materials Transactions A*[J], 2015, 46(7): 2803
- [7] Schmidt P, El-Chaikh A, Christ H J. *Metallurgical & Materials Transactions A*[J], 2011, 42(9): 2652
- [8] Furuhashi T, Maki T, Makino T. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2001, 117(3): 318
- [9] Ivasishin O M, Markovsky P E, Matviychuk Y V et al. *Journal of Alloys & Compounds*[J], 2008, 457(1-2): 296
- [10] Yin Yanfei(尹雁飞), Li Silan(李思兰), Hou Zhimin(侯智敏) et al. *Titanium Industry Progress(钛工业进展)*[J], 2015, 32(4): 13
- [11] Froes F H, Bomberger H B. *JOM*[J], 1985, 37(7): 28
- [12] Williams J C, Hickman B S, Marcus H L. *Metallurgical Transactions*[J], 1971, 2(7): 1913
- [13] Nag S, Banerjee R, Srinivasan R et al. *Acta Materialia*[J], 2009, 57(7): 2136
- [14] Shang Guoqiang(商国强), Kou Hongchao(寇宏超), Fei Yue(费跃) et al. *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2010, 39(6): 1061
- [15] Santhosh R, Geetha M, Saxena V K et al. *International Journal of Fatigue*[J], 2015, 73: 88

Influence of Duplex Aging on Microstructure of TC29 Titanium Alloy

Yin Yanfei^{1,2}, Jia Weiju², Li Silan², Mao Chengliang², Ying Yang², Mao Xiaonan², Zhao Yongqing^{1,2}

(1. Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

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

Abstract: In order to find the influence of duplex aging on microstructure of TC29 titanium alloy accompanied with primary α phase, different heat treatments and analysis methods including OM, SEM, and TEM were adopted. Results show that after $\alpha+\beta$ two-phase solution and aging, secondary α precipitates in TC29 titanium alloy reach sub-micron level. After 895 °C solution and single aging, secondary α precipitates are mainly 100~300 nm in length. After 895 °C solution and duplex aging, " α clusters" are observed in β transformed microstructure and secondary α precipitates in them are thin slat-shaped. Compared with single aging, duplex aging results in an equal or lower microhardness. During the pre-aging treatment, a large amount of ω phases precipitate in β matrix, and the local element distribution gradually becomes inconsistent due to the diffusion near the primary α/β phase interface, where the " α cluster" is locally formed during the subsequent aging process.

Key words: near β titanium; duplex aging; secondary α phase; microhardness

Corresponding author: Yin Yanfei, Candidate for Ph. D., School of Material Science and Engineering, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, P. R. China, Tel: 0086-29-86250729, E-mail: yyf19882009@163.com