

低温固溶及时效处理对 TC4 钛合金棒材组织及力学性能的影响

杜 刚, 孙小平, 高玉社, 王玮东, 侯峰起, 付宝全, 刘向宏

(西部超导材料科技股份有限公司, 陕西 西安 710016)

摘 要: 研究了 TC4 钛合金棒材经 650 和 700 °C 固溶处理及时效处理后的组织和性能变化。结果表明: 对热加工态的 TC4 钛合金进行 650 °C 的固溶热处理, 材料的显微组织和拉伸性能变化不大。经过 700 °C 固溶热处理, TC4 钛合金棒材强度明显降低, 屈服强度相对于热加工态降低 77 MPa, 且屈/强比明显低于普通退火。时效热处理后, 合金的强度显著提高, 400 °C 时效后抗拉强度达到 1020 MPa, 相对于热加工态提高 53 MPa。显微组织分析表明, 热加工后的 TC4 棒材显微组织由初生 α 相、次生 α 相以及残余 β 相组成。热处理过程中, 残余 β 相中针状 α 相的溶解与重新析出是影响合金拉伸性能变化的主要原因。

关键词: TC4 钛合金; 固溶和时效; 力学性能

中图法分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2018)06-1941-04

TC4 钛合金是中国对美国 Ti6Al4V 合金的仿制牌号, 该合金于 20 世纪 50 年代初期开发成功, 并于 1954 年公开, 是到目前为止研究得最为深入且应用较为成熟的钛合金。TC4 钛合金在 400 °C 以下具有良好的抗拉强度、持久强度和塑性, 同时具有良好的热加工和焊接性能, 因而成为航空、航天、兵器以及生物医疗等领域中大量使用的关键钛合金材料。

对于热加工后 TC4 钛合金棒材, 为了改善合金的性能, 需要进行适当的热处理。根据应用需求, 钛合金的热处理可分为去应力退火、普通退火以及固溶、时效处理等。表 1 为工业生产 TC4 钛合金棒材、锻件常用的热处理制度^[1-3]。对于中等强度要求的 TC4 钛合金, 一般进行再结晶温度以下的普通退火, 可以达到消除热加工残余应力, 提高塑性以及稳定组织的目的^[4,5]。为了获得更高的强度, 工业中一般对 TC4 钛合金棒材、锻件进行固溶及时效热处理。经过时效处理后, TC4 钛合金室温抗拉强度可以达到 1100 MPa 以上^[6]。

两相钛合金的固溶热处理一般在 β 相变点以下 30~80 °C 进行, 在此温度区间内对初生 α 相和次生 α 相数量、形态进行调整的余地较大, 从而可达到优化材料强度、塑性和韧性的目的^[7-11]。然而, 对于这一类钛合金在再结晶温度以下进行固溶热处理的研究报道较少。为此, 本实验对 TC4 钛合金在 650 °C 以及

表 1 TC4 钛合金的热处理

Table 1 Heat treatment of TC4 alloy

Heat treatment	Temperature/°C	Cooling
Stress relieving	600	AC
Annealing treatments	700~800	AC
Solution treating	900~940	WC
Aging	500~540	AC

700 °C 下固溶处理及时效处理后的拉伸性能和显微组织变化进行了研究, 并对其机理进行了讨论。

1 实 验

实验材料选用优质 TC4 钛合金铸锭, 其化学成分见表 2, 满足 AMS 4928S 标准要求。用金相法测得其 β 转变温度为 995 °C。首先采用快锻机对铸锭在 β 相区开坯锻造, 然后在 $\alpha+\beta$ 两相区多火次反复锻拔制成棒坯, 最后用径向锻造机锻造成直径为 70 mm 的棒坯。热加工态的 TC4 钛合金棒坯横向显微组织见图 1。从图中可以看出, 棒坯为等轴组织, 初生 α 相的比例大于 70%, 尺寸为 20~40 μm 。

表 2 TC4 合金的化学成分

Table 2 Chemical composition of TC4 alloy ($\omega/\%$)

Al	V	O	N	H	Ti
6.3	4.2	0.18	≤ 0.05	≤ 0.08	Bal.

收稿日期: 2017-06-10

作者简介: 杜 刚, 男, 1981 年生, 博士, 西部超导材料科技股份有限公司, 陕西 西安 710016, 电话: 029-86932188, E-mail: gdu@alum.imr.ac.cn

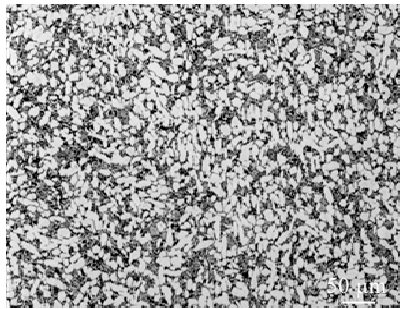


图 1 热加工态 TC4 钛合金棒坯的金相显微组织
Fig.1 Microstructure of the as-forged TC4 alloy bar

在直径为 70 mm 的 TC4 棒材 1/2 半径处切取规格为 $\Phi 12$ mm 的纵向试棒, 在箱式电阻炉内进行固溶和时效热处理, 固溶温度分别为 650 和 700 $^{\circ}\text{C}$, 保温时间为 1 h, 试样出炉后立即淬水冷却。时效温度为 400~650 $^{\circ}\text{C}$, 保温时间为 1 h, 试样出炉后空冷。

金相样品的腐蚀剂为 10%HF+30%HNO₃+60%H₂O。OM 和 SEM 分析分别在 LEICA-MEF4A 倒立金相显微镜和 JSML-6700 扫描电子显微镜上进行。拉伸试验在 Instron-4507 万能材料试验机上进行。

2 结果与分析

2.1 低温固溶处理

表 3 为试样经低温固溶热处理前后的室温拉伸性能。可以看出, 650 $^{\circ}\text{C}$ 固溶处理后, 合金的抗拉强度和屈服强度相对热处理前虽有所降低, 但变化不大, 表明在 650 $^{\circ}\text{C}$ 以下的固溶处理对 TC4 钛合金性能影响不大。经过 700 $^{\circ}\text{C}$ 固溶处理, 合金的强度出现明显降低, 屈服强度降低至 809 MPa (比热加工态降低 77 MPa), 明显低于普通退火, 而抗拉强度降低至 942 MPa, 与普通退火性能水平相当。

图 2 为 TC4 钛合金经过 700 $^{\circ}\text{C}$ 固溶处理前后的金相显微组织照片。可以看出, 热处理前、后初生 α 相和条状次生 α 相的体积分数和形态差异不明显。

TC4 钛合金加热至 900 $^{\circ}\text{C}$ 以上的 $\alpha + \beta$ 两相区经由径锻机加工成棒材, 随后冷却过程中 β 相分解析出条状的次生 α 相。图 3 给出了 700 $^{\circ}\text{C}$ 固溶处理前、后

表 3 TC4 钛合金固溶热处理前后的室温拉伸性能				
Table 3 Tensile properties of TC4 alloy before and after solution heat treatment at RT				
Heat treatment	R_m/MPa	$R_{p0.2}/\text{MPa}$	$A/\%$	$Z/\%$
As hot-worked	967	886	15.3	45.5
650 $^{\circ}\text{C}$ /1 h+WQ	953	878	13.3	40.5
700 $^{\circ}\text{C}$ /1 h+WQ	942	809	13	40

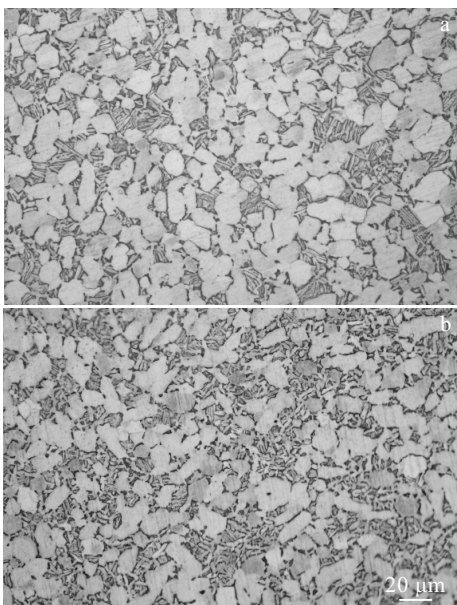


图 2 TC4 钛合金 700 $^{\circ}\text{C}$ 固溶处理前后的金相显微组织
Fig.2 OM microstructures of TC4 alloy: (a) as forged and (b) solution at 700 $^{\circ}\text{C}$

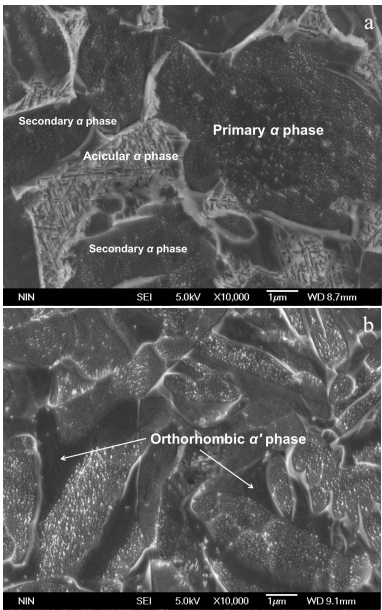


图 3 TC4 钛合金 700 $^{\circ}\text{C}$ 固溶处理前后的 SEM 显微组织
Fig.3 SEM microstructures of TC4 alloy: (a) as forged and (b) solution at 700 $^{\circ}\text{C}$

的扫描电镜显微组织照片。从图 3a 中可以看出, 热加工态的 TC4 钛合金显微组织由初生 α 相、次生 α 相以及分布在次生 α 相之间的残余 β 相组成, 在残余 β 相中可以观察到尺寸细小的针状 α 相。经过 700 $^{\circ}\text{C}$ 固溶处理后, TC4 钛合金显微组织发生明显变化: 分布在

残余 β 相之中的针状 α 相消失, 残余 β 相转变为单相组织 (图 3b)。文献[12,13]认为, 残余 β 相水淬冷却形成的单相为斜方马氏体 α' 相。

从显微组织对比可以发现, 对于再结晶温度以下的固溶处理 (水淬), 热处理前后初生 α 相和条状次生 α 相的体积分数变化不大, 残余 β 相的转变是导致材料性能变化的主要原因。残余 β 相中的转变主要体现在两个方面, 首先是残余 β 相中的细小针状 α 相溶解, 从而引起对应的 α/β 相界面消失。另外, TC4 钛合金经过 700 °C 加热保温并水淬冷却后, 残余 β 相转变为斜方马氏体 α' 相, 新形成的 α/α' 相界引起的强化作用弱于水淬前的 α/β 相界面, 对合金的强化作用有限^[12,13]。由于残余 β 相中 α/β 相界面的减弱, 合金的强度, 特别是屈服强度明显降低, 700 °C 固溶处理后材料的屈服强度由 886 MPa 降低到 809 MPa。

2.2 时效处理

表 4 给出了经过低温固溶、时效处理前后的 TC4 钛合金的室温拉伸性能。可以看出, 当固溶温度为 650 °C 时, 时效处理后的拉伸性能相对于未时效态时变化不大。经过 700 °C 固溶并时效处理, 合金的强度可显著提高, 400 °C 时效热处理后抗拉强度升高至 1020 MPa, 相对于热加工态的合金提高 53 MPa。随着时效处理后强度的升高, 合金的延伸率呈现一定的下降, 400 °C 时效后延伸率由 13.0% 降低至 11.3%, 与 TC4 合金的常规固溶时效处理对性能影响规律一致^[5,6]。

图 4 为 700 °C 固溶处理 TC4 钛合金经过时效热处理的扫描电镜照片。可以看出, 分布在次生 α 相之间的残余 β 相形貌发生变化。400 °C 时效处理后 (图 4a), 残余 β 相中析出大量细尺寸细小的针状 α 相, 其形貌与热加工后的棒材组织相似。从图 4b 中可以看出, 时效温度为 650 °C 时, 残余 β 相中析出等轴的 α 相颗粒。另外, 经过时效热处理后, 部分固溶水淬产生的斜方马氏体 α' 相也转变为 β 相, 引起钛合金强度的显著提高^[13,14]。

表 4 TC4 钛合金时效前后的室温拉伸性能
Table 4 Tensile properties of TC4 titanium before and after aging at RT

Solution	Aging	R_m /MPa	$R_{p0.2}$ /MPa	A /%	Z /%
	Non-aging	953	878	13.3	40.5
650 °C/	400 °C/1 h + AC	956	881	12.5	43.0
1 h + WQ	500 °C/1 h + AC	954	879	12.0	43.0
	650 °C/1 h + AC	962	890	13.0	43.5
	Non-aging	942	809	13.0	40.0
700 °C/	400 °C/1 h + AC	1020	903	11.3	42.0
1 h + WQ	500 °C/1 h + AC	987	907	13.0	43.5
	650 °C/1 h + AC	951	881	13.5	42.0

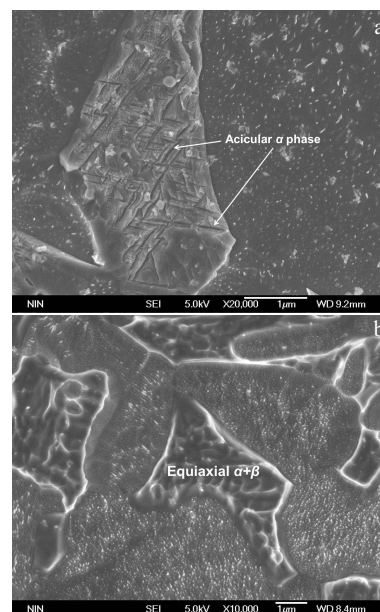


图 4 700 °C 固溶处理 TC4 钛合金时效热处理后的 SEM 显微组织

Fig.4 SEM microstructures of TC4 alloy solution treated at 700 °C after ageing: (a) aged at 400 °C and (b) aged at 650 °C

对于 $\alpha+\beta$ 型钛合金, 进行 β 相变点以下 30~80 °C 的固溶热处理后, 可通过不同的时效热处理来控制次生 α 相析出的数量和形貌, 从而达到提高合金强度和塑性, 调整综合性能的目的。从实际生产中得到的数据来看, 热加工态的 TC4 棒材进行 β 相变点附近的固溶时效热处理后, 抗拉强度可以达到 1100 MPa 以上。一般认为, 在再结晶温度以下对 TC4 钛合金进行保温退火, 由于原子扩散较弱的原因, 难以发生初生 α 和次生 α 相的溶解和再析出, 仅能达到消除热加工内应力, 提高塑性及稳定组织的目的^[11]。然而, 从本实验的结果来看, 对 TC4 钛合金进行 700 °C 的固溶热处理并进行时效处理, 可以产生明显的强化作用。这是因为大规格的 TC4 钛合金棒材经过热加工后, 在条状 α 相之间存在一定数量的残余 β 相。进行固溶热处理后, 残余 β 相中的针状 α 相溶解, 导致合金强度降低, 再经过时效处理, 残余 β 相分解, 析出尺寸细小的针状 α 相, 对合金强度起到明显的强化作用。从本实验的结果来看, TC4 钛合金在 700 °C 以上固溶并时效热处理即可产生强化作用, 而当固溶温度低于 650 °C 时, 热处理产生的强化作用不大。

3 结 论

1) 热加工态的 TC4 钛合金进行 700 °C 固溶热处理, 合金的强度明显降低, 尤其是屈服强度相对于热

加工态降低 77 MPa。再进行时效热处理后,合金的强度显著提高,400 °C 时效后抗拉强度和屈服强度分别达到 1020 和 903 MPa。

2) 热加工态的 TC4 棒材显微组织由初生 α 相、条状次生 α 相以及残余 β 相组成,残余 β 相中的针状 α 相的溶解与重新析出是影响合金拉伸性能变化的主要原因。

3) 当固溶温度低于 650 °C 时,热处理对合金的组织 and 性能影响不大。

参考文献 References

- [1] Qi Guangxia(齐广霞), Li Li'an(李立安), Shi Likun(史丽坤) *et al. Hot Working Technology*(热加工工艺)[J], 2014, 20: 191
- [2] Wang Ruining(王蕊宁), Yang Jianchao(杨建朝), Lv Liqiang (吕利强) *et al. Titanium Industry Progress*(钛工业进展)[J], 2010, 27(6): 27
- [3] Ma Yingjie(马英杰), Liu Jianrong(刘建荣), Lei Jiafeng(雷家峰) *et al. Chinese Journal of Material Research*(材料研究学报)[J], 2008, 22(5): 555
- [4] Cao Chunxiao(曹春晓), Wang Jinyou(王金友), Shen Guiqin (沈桂芹) *et al. Aeronautical Materials*(航空材料)[J], 1981, 1(1): 10
- [5] Liu Wanying(刘婉颖), Zhu Yike(朱毅科), Lin Yuanhua(林元华) *et al. Materials Review*(材料导报)[J], 2013, 27(18): 108
- [6] Wang Yongzhe(王永哲), Zhang Peng(张 鹏), Tian Lin(田 琳) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2010, 20(S1): 661
- [7] Shi Xiaoyun(史小云), Gao Yushe(高玉社), Wang Wensheng (王文盛) *et al. Hot Working Technology*(热加工工艺)[J], 2013, 14: 163
- [8] Fei Yuhuan(费玉环), Zhou Lian(周 廉), Qu Henglei(曲恒磊) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2007, 36(11): 1928
- [9] Yang Yi(杨 奕), Xu Feng(徐 锋), Huang Aijun(黄爱军) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2005, 41(7): 713
- [10] Ye Hongchuan(叶红川), Zhang Xuehua(张雪华), Qu Henglei (曲恒磊) *et al. Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2011, 36(12): 1
- [11] Zeng Weidong(曾卫东), Zhou Yigang(周义刚). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2002, 38(12): 1273
- [12] Semiatin S L, Knisley S L, Fagin P N *et al. Metallurgical & Materials Transactions A*[J], 2003, 34(10): 2377
- [13] Gu Xiaohui(顾晓辉), Liu Jun(刘 君), Shi Jihong(石继红). *Heat Treatment of Metal*(金属热处理)[J], 2011, 36(2): 29
- [14] Zhang Zhiqiang(张志强), Dong Limin(董利民), Guan Shaoxuan(关少轩) *et al. The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报) [J], 2010, 20(S1): 674

Effect of Low Temperature Solution and Aging Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of TC4 Alloy Bars

Du Gang, Sun Xiaoping, Gao Yushe, Wang Weidong, Hou Fengqi, Fu Baoquan, Liu Xianghong
(Western Superconducting Technologies Co., Ltd, Xi'an 710016, China)

Abstract: Effects of solution heat treatment at 650 °C and 700 °C and aging treatment on the microstructure and mechanical properties of TC4 alloy bars were studied. The results show that there is no remarkable change in the microstructure and tensile properties of the alloy after solution treatment at 650 °C. By contrast, there is a 77 MPa decrease in the yield strength after solution treatment at 700 °C. The maximum tensile strength after aging at 400 °C reaches 1020 MPa, which is 53 MPa higher than that of the as-forged alloy. The results of the microstructure analysis indicate that the microstructure of TC4 alloy bars after heat working is composed of primary α phase, secondary α phase, and residual β phase. The change in tensile properties is related to the dissolution and reprecipitation of the acicular α phase in the residual β phase during the process of heat treatment.

Key words: TC4 alloy; solution and aging; mechanical property

Corresponding author: Du Gang, Ph. D., Western Superconducting Technologies Co., Ltd, Xi'an 710016, P. R. China, Tel: 0086-29-86932188, E-mail: gdu@alum.imr.ac.cn