

等温淬火对 TC21 钛合金微观组织和力学性能的影响

宋静雯¹, 谭长生¹, 孙巧艳¹, 肖林¹, 赵永庆², 孙军¹

(1. 西安交通大学 金属材料强度国家重点实验室, 陕西 西安 710049)

(2. 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

摘要: 研究了 TC21 钛合金在两相区固溶后直接在较低温度保温一定时间水冷到室温(等温淬火)获得的组织与力学性能。将试样在 900 °C 固溶 0.5 h, 分别在 600~60 °C 温度范围等温保温 1 h 后水冷到室温, 观察微观组织特征, 测试宏观和显微硬度以及拉伸性能。结果表明: 从 600 °C 到 400 °C, 次生 α 相宽度逐渐减小; 从 400 °C 到 60 °C, 次生 α 相宽度几乎保持不变。宏观维氏硬度与 β 转变基体的微观维氏硬度变化规律相同。随着等温淬火温度提高, 延伸率和断面收缩率缓慢增加。TC21 钛合金的硬度、强度随着次生 α 相宽度的减小而升高。300 或 400 °C 等温淬火所得组织的强度与塑性的匹配性最好。

关键词: 次生 α 相; 等温淬火; 微观组织; 力学性能

中图分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)04-1260-07

钛及钛合金因具有密度小、比强度高、耐高温、耐腐蚀等优良的综合性能被广泛应用于航空航天领域^[1,2]。TC21 钛合金是我国研制的具有独立知识产权的 α - β 型高强高韧钛合金, 是一种 Ti-Al-Sn-Zr-Mo-Cr-Nb 多元系钛合金^[3], 合金中加入的 α 和 β 稳定元素较多, 合金的 β 转变温度为 (955±10) °C, 具有高强度 ($R_m \geq 1100$ MPa)、高韧性 ($K_{IC} \geq 70$ MPa·m^{1/2}) 以及优异的抗疲劳性能(优于普通 TC4、TA15 等中等强度钛合金)等性能, 是我国高强韧钛合金综合力学性能匹配最佳的钛合金之一^[4,5]。该合金的强度、断裂韧性、裂纹扩展抗力、热稳定性等性能的综合匹配方面不低于 Ti-1023 合金, 与 Ti-6-22-22S 钛合金相当甚至更好^[6], 其良好的焊接性能弥补了 Ti-6-22-22S 钛合金焊接工艺性能差的缺点^[4]。目前 TC21 钛合金已经在高性能航空及航天飞行器结构件中得到应用。

钛合金的力学性能取决于 α 、 β 相组成的微观组织类型及两相的含量和形态。通过改变热加工工艺和热处理在 TC21 钛合金中获得特定的 α 相、 β 相及次生 α 相的特征, 进而影响合金的综合力学性能^[7-10]。钛合金与钢不同, 淬火得到马氏体没有显著的强化作用, 对钛合金淬火马氏体没有太多关注。根据相关文献报道, 20 世纪 80 年代, Ingelbrecht 报道了 Step-quench (等

温淬火) 在钛合金中的应用, 该研究者指出 IMI550 钛合金经过 525 °C 及以上温度的 Step-quench 处理后抗拉强度增加了 15%, 屈服强度增加了 7%^[11], 但是等温淬火温度低于 525 °C 得到斜方马氏体, 强度降低。最近研究者在 Ti5553 合金中意外发现 Step-quenching 工艺显著细化了 β 相转变组织, 而且指出在特定温度下 β 相发生了一种热力学上均匀形核的伪调幅分解形核, 形核率高出常规时效析出形核数倍^[12,13]。以上结果预示了这种类似于钢的等温淬火工艺在高强度钛合金组织细化和性能优化方面具有潜在的作用。

钛合金的淬透性对组织也有较大的影响, 钛合金的淬透性不是指淬火后的马氏体层的深度, 而是指保留亚稳定 β 相的深度^[14]。据文献报道, Ti-1023 钛合金的淬透性截面厚度可达 125 mm^[15], 54422 钛合金的淬透性截面厚度可达 200 mm^[16], TC18 钛合金淬透性截面厚度可达 250 mm^[17,18]。TC21 钛合金是由 8 个合金元素组成, 其中 Al, Mo, Cr 和 Zr 均为提高合金淬透性的元素, 因此, TC21 钛合金的淬透性也比较优异。

对于 TC21 钛合金, 本研究设计了等温淬火工艺, 通过宽范围的等温淬火温度 (600~60 °C) 的设计和选择, 详细观察了 TC21 钛合金固溶处理的 β 相在不同等温淬火温度的转变特点及得到的组织形貌特征。等

收稿日期: 2018-04-12

基金项目: 国家自然科学基金 (51671158, 51471136, 51471129, 51621063); 国家重点基础研究发展计划 (“973” 计划) (2014CB644003); 高等学校学科创新引智计划 (B06025)

作者简介: 宋静雯, 女, 1994 年生, 西安交通大学金属材料强度国家重点实验室, 陕西 西安 710049, E-mail: tcs1215@126.com

温淬火调节转变生成的针片状 α 相的含量和尺寸, 获得不同的显微组织, 揭示等温淬火温度对转变生成的 α 相形成过程的影响规律, 通过对 TC21 钛合金的力学性能的测试及结果分析, 进一步讨论 TC21 钛合金强度与塑性随着等温淬火温度的变化, 以期获得强度和塑性的良好匹配的优化工艺。本研究丰富和发展了 TC21 钛合金的强塑性匹配的思路, 为 TC21 钛合金的工程应用提供更多的实验结果支持。

1 实验

实验原材料为西北有色金属研究院提供的 TC21 钛合金圆盘状饼材, 直径 350 mm, 高度 76 mm。热处理的棒材是沿着圆盘高度方向取样, 直径 16 mm, 高度为 76 mm。TC21 钛合金的名义化学成分为 Ti-6Al-2Sn-2Zr-2Mo-1.5Cr-2Nb, 材料原始组织为双态组织。由初生 α 及转变 β 基体组成, 如图 1a 所示。 T_{β} 转变温度为 945 ± 5 °C。

本研究选取的等温淬火工艺路线如图 1b 所示。具体如下: 在两相区固溶热处理, 固溶温度确定为 900 °C (即低于相变点 45 °C 左右) 保温 0.5 h, 确保组织中有较多的等轴 α 相; 等温淬火温度为 600~60 °C。固溶处理后迅速取出试样并放入温度分别为 600、500、450、400、300、250、200、100、60 °C 的加热炉内, 保温 1 h 后水冷。拉伸实验测试在 INSTRON 1195 型

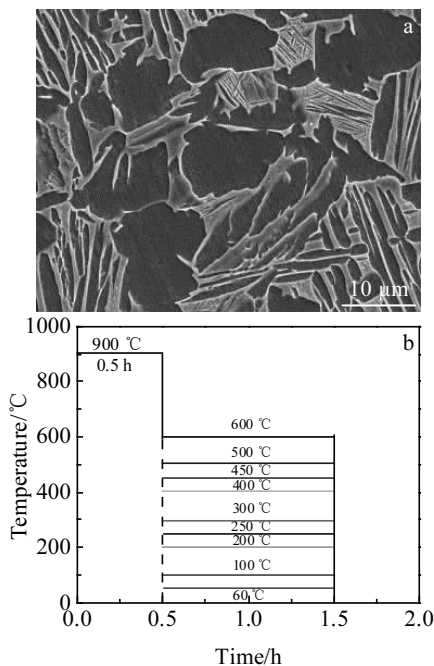


图1 TC21 钛合金原始显微组织与等温淬火工艺路线图
Fig.1 Microstructure of TC21 titanium alloy as received (a) and step-quenching process (b)

电子拉伸试验机进行, 应变速率为 $5.6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 。每种显微组织加工 3 个拉伸试样, 强度与塑性取其平均值。利用 XRD 分析热处理后组织的成分变化, 维氏硬度仪 (HXD-1000TMC/LCD) 测试试样的宏观硬度和显微硬度变化。采用金相显微镜 (OM)、场发射扫描电子显微镜 (SU6600) 和透射电子显微镜 (JEM-200CX) 等分析手段研究相变过程中的组织演变规律, 并分析其对合金强度和显微硬度的影响规律。初生等轴 α 相和析出片层 α 相的尺寸和含量通过 Image Pro-Plus 6.0 软件进行统计计算。

2 结果与分析

2.1 TC21 钛合金等温淬火后的显微组织及相组成

图 2 给出了 TC21 钛合金经过 900 °C 固溶和不同温度等温淬火处理后的显微组织形貌。从图 2 中可以看出, 因为固溶温度相同, 初生等轴 α 相基本保持不变。随着等温淬火温度降低, β 相转变生成的 α 相比细小, 图 3 给出了高倍扫描电镜观察的 β 转变组织的形貌。通过统计分析, 初生等轴 α 相体积分数约为 12%, 尺寸为 8.5 μm 左右, 不随等温淬火温度而改变, 如图 4a 和图 4b 所示。然而析出的次生 α 相尺寸随着等温淬火温度的变化发生了改变。图 3 的扫描电子显微图像统计结果表明, 次生 α 相随着等温淬火温度升高呈现 2 个阶段的变化规律: (1) 在 600 °C 到 400 °C 之间, 随着等温淬火温度增加, 次生 α 相的宽度值迅速增大, 从 35 nm 增加至 300 nm; (2) 在 400 °C 到 60 °C 之间, 随着等温淬火温度的降低, 次生 α 相的宽度值几乎保持不变, 保持在 35 nm 左右。

根据固态相变的基本理论以及钛合金相变特点, β 基体在等温淬火中转变生成的次生 α 相是扩散型转变, 次生 α 相形核与生长需要过冷度和原子扩散^[19,20]。过冷度主要影响次生 α 相的形核率, 而扩散是控制次生 α 相长大的重要因素。从 600 °C 到 400 °C, 温度较高, 原子扩散能力强, 但是过冷度较小, 形核数量较少, 因此 600 °C 时得到针片状 α 最粗大, 宽度约为 300 nm, 随着等温淬火温度降低, 转变生成的次生 α 相的宽度明显减小; 在 400 °C 以下, 温度降低, 过冷度增加, 形核率增加, 但是原子活动能力降低, 合金元素不易扩散, 针状 α 相的长大困难, 析出的 α 相细小, 宽度约为 35 nm。在 100~60 °C 等温淬火, 由于温度过低, 此时原子活动能力不足, 形核数量减少, 相宽度不变, 保持在 35 nm, 如图 3h, 3i 与图 4c 所示。

之后对不同组织做了物相分析, 图 5 是 TC21 钛合金分别在 600、400、100 和 60 °C 等温淬火后的 XRD 图谱, 从图中可以看出不同温度等温淬火得到的组织

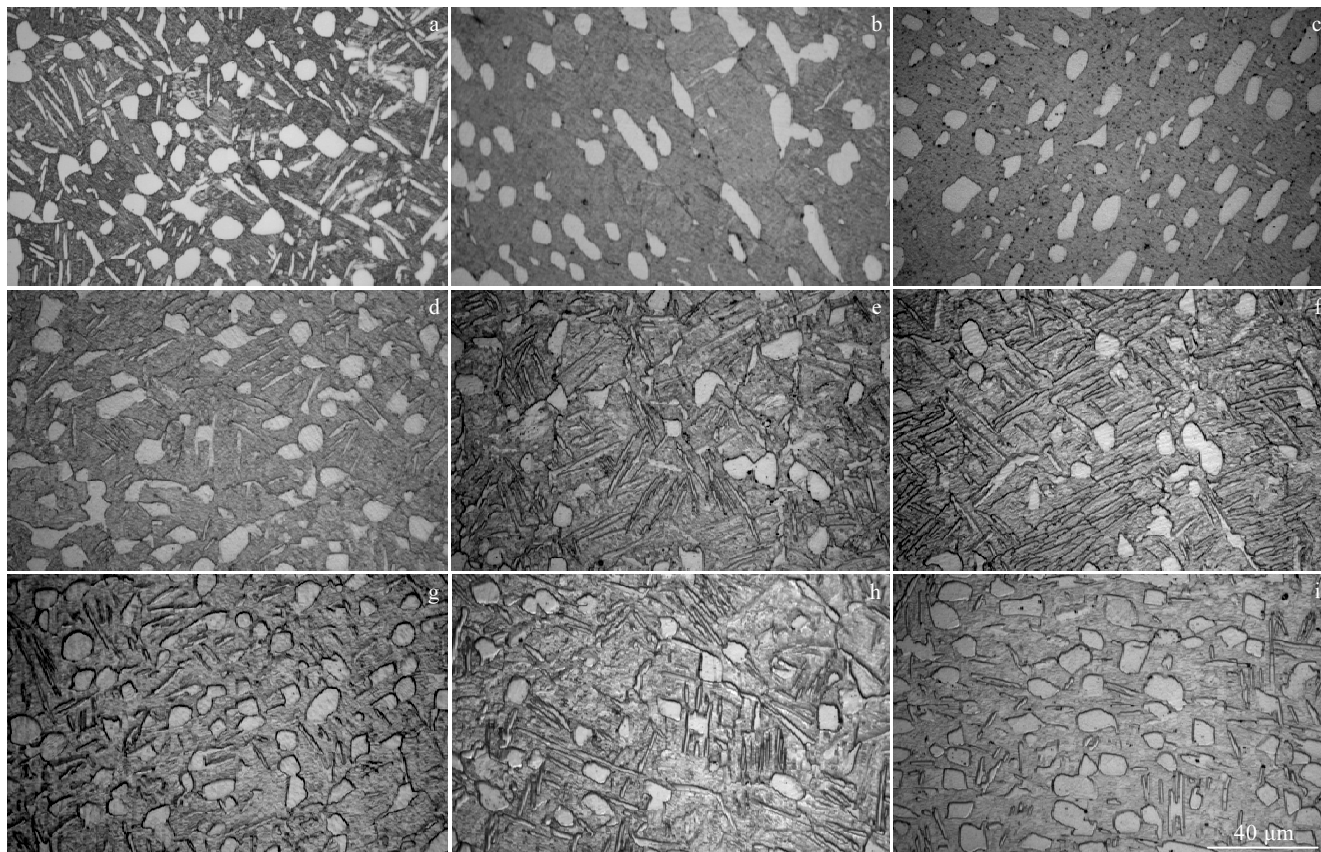


图 2 TC21 钛合金等温淬火后的显微组织形貌

Fig.2 Microstructures of TC21 titanium alloy after step-quenching: (a) 900 °C/0.5 h+600 °C/1 h, WC; (b) 900 °C/0.5 h+500 °C/1 h, WC; (c) 900 °C/0.5 h+450 °C/1 h, WC; (d) 900 °C/0.5 h+400 °C/1 h, WC; (e) 900 °C/0.5 h+300 °C/1 h, WC; (f) 900 °C/0.5 h+250 °C/1 h, WC; (g) 900 °C/0.5 h+200 °C/1 h, WC; (h) 900 °C/0.5 h+100 °C/1 h, WC; (i) 900 °C/0.5 h+60 °C/1 h, WC

均由 α 和 β 两相组成，没有发生其他相变。

选择等温淬火温度为 500、100 和 60 °C 的试样制备透射样品，在 TEM 下观察到的组织形貌如图 6 所示。从图 6a 中可以看到等轴 α 相，几乎没有位错。对比图 6a~6c，可以得到：500 °C 时等温淬火从 β 转变基体中析出的针片状 α 的宽度大约为 101 nm，而 100 °C 等温淬火得到的针片状 α 的宽度约为 37.5 nm，60 °C 等温淬火得到的针片状 α 的宽度约为 35 nm；但是每一个温度的等温淬火生成的次生针状 α 相的长度尺寸范围较宽，从小于 1 微米到几微米，少数次生 α 相甚至超过 10 μm 。

2.2 力学性能分析

图 7 给出了 TC21 钛合金经过等温淬火后的硬度变化规律。从图 7a 中可以看出合金硬度在 60 °C 至 400 °C 之间几乎没有变化，呈现出一段平台，这是因为生成的次生片层 α 相的宽度几乎没有变化；随着温度从 400 °C 增加至 600 °C，其硬度值逐渐降低，这与片层 α

相宽度的增加有关，合金的强度会降低^[12,21]。通过微观硬度测试发现，等轴 α 相的硬度为一恒定值； β 等温淬火转变组织的硬度变化趋势与合金宏观硬度变化趋势一致，可见，合金硬度的变化主要由 β 等温淬火转变组织引起的。通过对比硬度和片层 α 宽度的结果，其双对数曲线表现为接近一直线关系，其回归关系式为 $\lg(\text{HV}) = -0.053\lg(d) + 2.686$ ， d 为片层 α 宽度。

图 8 给出了 TC21 钛合金的室温拉伸性能结果。图 8a 是 100、300、400 和 500 °C 等温淬火后的拉应力-应变曲线。分别获得不同等温淬火温度下 TC21 钛合金的屈服强度、抗拉强度和延伸率及断面收缩率等数据。

将强度和塑性随着温度的变化规律做图，如图 8b 所示。等温淬火温度在 100~400 °C 之间，随着温度增加，强度保持不变，当温度高于 400 °C，强度逐渐降低。强度和硬度值的变化规律一致。等温淬火温度提高，延伸率和断面收缩率增加，在 100 °C 等温淬火塑性最低，温度高于 100 °C，延伸率和断面收缩率有所

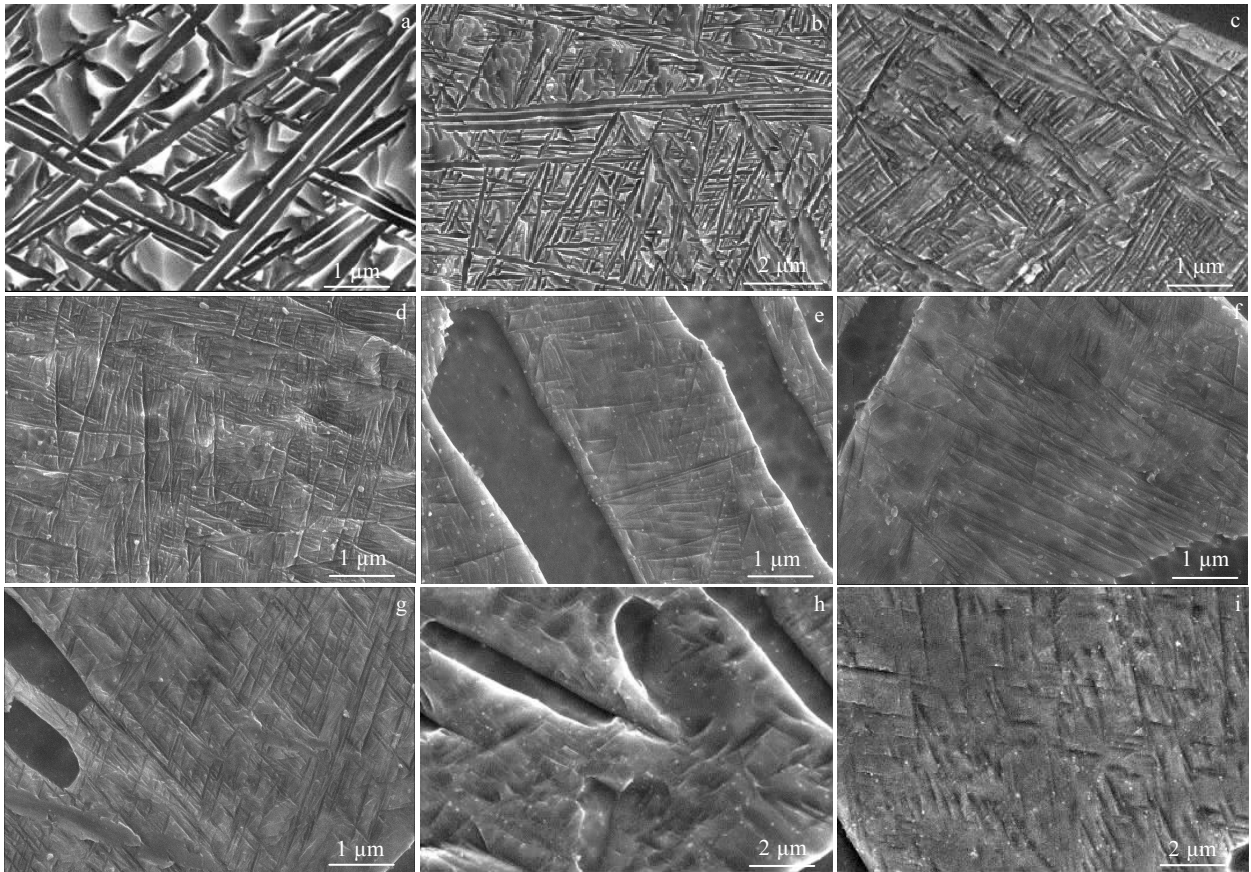


图 3 TC21 钛合金等温淬火过程中生成次生 α 相的形貌

Fig.3 Morphologies of secondary α lath of TC21 titanium alloy after step-quenching: (a) 900 °C/0.5 h+600 °C/1 h, WC; (b) 900 °C/0.5 h+500 °C/1 h, WC; (c) 900 °C/0.5 h+450 °C/1 h, WC; (d) 900 °C/0.5 h+400 °C/1 h, WC; (e) 900 °C/0.5 h+300 °C/1 h, WC; (f) 900 °C/0.5 h+250 °C/1 h, WC; (g) 900 °C/0.5 h+200 °C/1 h, WC; (h) 900 °C/0.5 h+100 °C/1 h, WC; (i) 900 °C/0.5 h+60 °C/1 h, WC

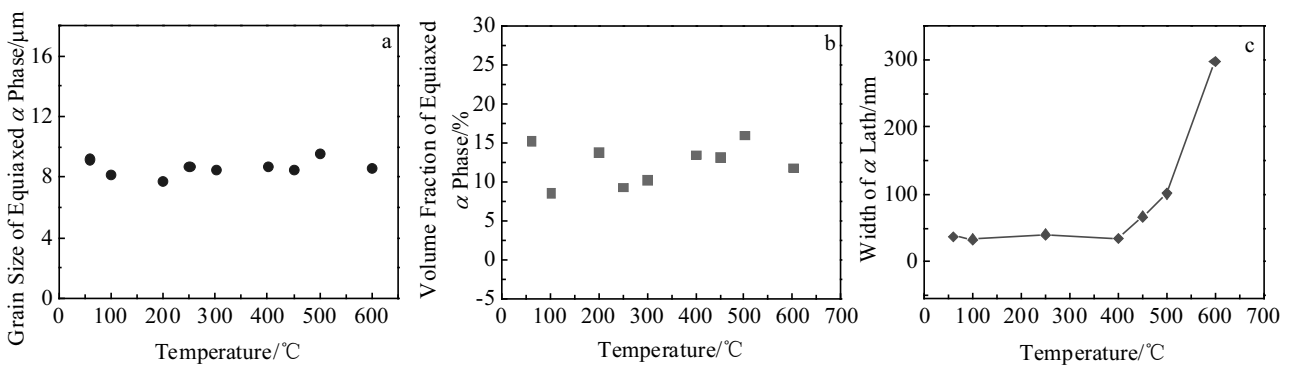


图 4 不同温度下等温淬火的 TC21 钛合金组织参数的变化

Fig.4 Microstructure parameter evolution of TC21 titanium alloy after step-quenching with different temperatures: (a) grain size of equiaxed α , (b) volume fraction of equiaxed α , and (c) width of α lath from 60 °C to 600 °C

增加。通过对比分析，其中 300、400 °C 等温淬火时的屈服强度和抗拉强度最高，分别是 1097、1276 MPa 和 1102、1280 MPa，它们的延伸率和断面收缩率也比较

高，分别是 9.0%、18.4% 和 10.5%、18.5%，如表 1 所示。综合考虑强度和塑性，在 300~400 °C 等温淬火获得的组织的强塑性匹配最佳，如图 8b 中虚线框所示。

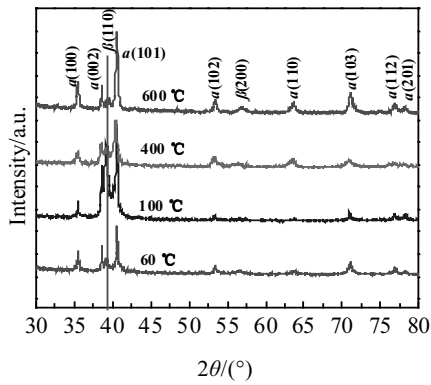


图 5 不同温度等温淬火后 TC21 钛合金的 XRD 图谱
Fig.5 XRD patterns of TC21 titanium alloy with different step-quenching temperatures

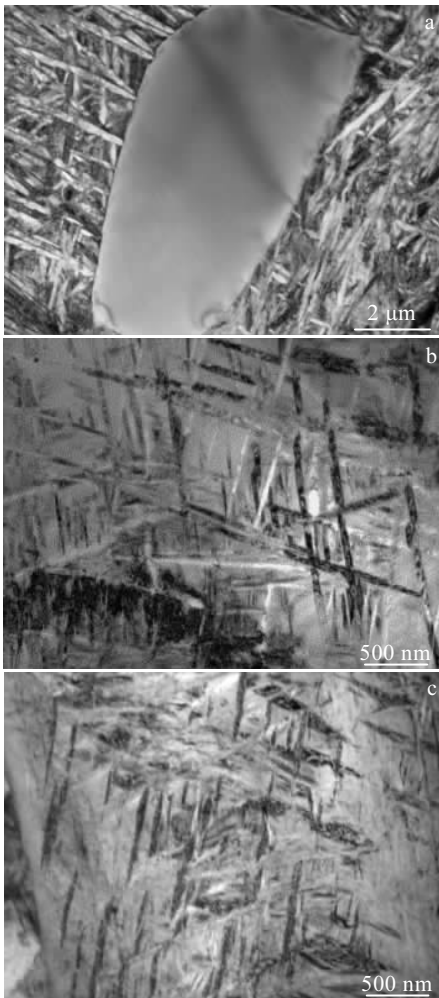


图 6 TC21 钛合金等温淬火后 TEM 形貌
Fig.6 TEM images of TC21 titanium alloy after step-quenching: (a) 900 °C/0.5 h+500 °C/1 h, WC; (b) 900 °C/0.5 h+100 °C/1 h, WC; (c) 900 °C/0.5 h+60 °C/1 h, WC

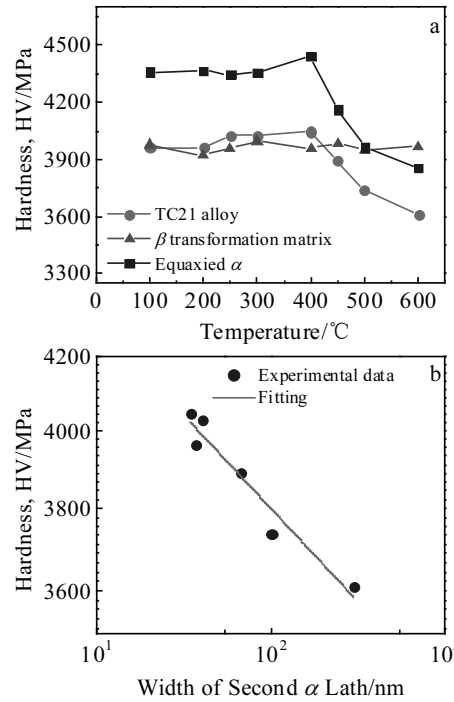


图 7 TC21 钛合金不同等温淬火组织的硬度
Fig.7 Vickers hardness of TC21 alloy with different step-quenching temperatures: (a) variation of Vickers hardness in TC21 alloy, equiaxed α and β transformation matrix during step-quenching; (b) relationship between hardness and width of the second α laths

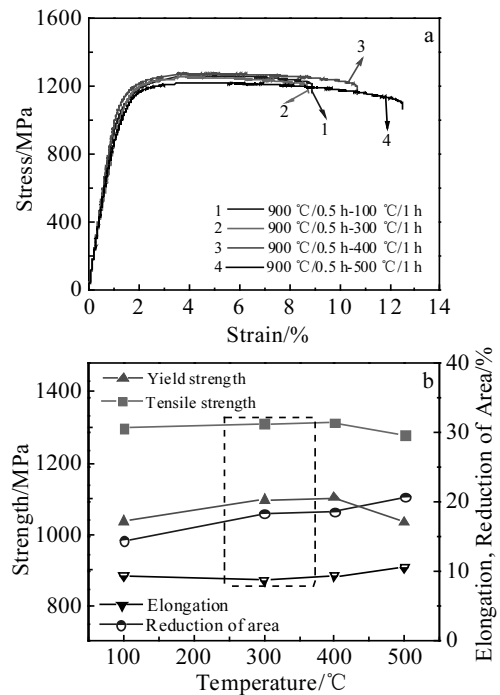


图 8 TC21 钛合金等温淬火后的力学性能
Fig.8 Mechanical properties of TC21 alloy with different step-quenching temperatures: (a) stress-strain curves and (b) relationship between the mechanical properties and step-quenching temperature

表1 等温淬火 TC21 钛合金拉伸实验数据
Table 1 Tensile results of TC21 titanium alloy after step-quenching

Heat treatment	Yield strength/MPa	Tensile strength/MPa	Elongation/%	Reduction of area/%
900 °C/0.5 h+100 °C/1 h, WC	1036±10	1265±2	8.9±1.7	14.5±3.5
900 °C/0.5 h+300 °C/1 h, WC	1097±15	1276±14	9.0±1.6	18.4±2.5
900 °C/0.5 h+400 °C/1 h, WC	1102±20	1280±10	10.5±0.5	18.5±1.0
900 °C/0.5 h+500 °C/1 h, WC	981±10	1234±9	12.4±0.2	20.8±2.2

3 结论

1) 对于等温淬火转变生成的次生片层 α 相, 在 60 °C 至 400 °C 之间, 片层 α 相宽度几乎保持不变; 在 400 °C 至 600 °C 之间, 随着温度的增加, 片层 α 相宽度逐渐增加。

2) 合金宏观维氏硬度与等温淬火转变组织的硬度变化规律相同。强度与硬度的变化规律一致; 但是随着等温淬火温度增加, 延伸率和断面收缩率缓慢增加。TC21 钛合金的宏观维氏硬度、强度随着次生 α 相宽度的减小而升高。

3) 在 300、400 °C 等温淬火得到的组织具有良好的强度与塑性匹配, 屈服强度大约为 1097, 1102 MPa, 抗拉强度为 1276, 1280 MPa, 延伸率和断面收缩率分别是 9.0%, 10.5% 和 18.4% 和 1.85% 左右。

参考文献 References

- [1] Boyer R R. *Materials Science Engineering A*[J], 1996, 213(1-2): 103
- [2] Leyens C, Peters M. *Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications*[M]. Weinheim: Wiley-VCH, 2003
- [3] Zhao Yongqing(赵永庆), Qu Henglei(曲恒磊), Feng Liang(冯亮) et al. *Titanium Industry Progress*(钛工业进展)[J], 2004, 21(1): 22
- [4] Fang Weiping(房卫萍), Chen Lun(陈 沦), Shi Yaowu(史耀武) et al. *Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2010, 38(9): 95
- [5] Wang Xinnan(王新南), Zhu Zhishou(朱知寿), Tong Lu(童 路) et al. *Rare Metals Letters*(稀有金属快报)[J], 2008, 27(7): 12
- [6] 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
- [7] Fei Y H, Zhou L, Qu H L et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2008, 494(1-2): 166
- [8] Wang Y H, Kou H C, Chang H et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2009, 508(1-2): 76
- [9] Tan C S, Sun Q Y, Xiao L et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2017, 724: 112
- [10] Tan C S, Li X L, Sun Q Y et al. *International Journal of Fatigue*[J], 2015, 75: 1
- [11] Ingelbrecht C D. *Journal of Materials Science*[J], 1985, 20(8): 3034
- [12] Nag S, Zheng Y F, Williams R E A et al. *Acta Materialia*[J], 2012, 60(18): 6247
- [13] Zheng Y F, Williams R E A, Sosa J M et al. *Scripta Materialia*[J], 2016, 111: 81
- [14] Zhang Zhu(张 翥), Wang Qunjiao(王群骄), Mo Wei(莫 畏). *Metal Science and Heat Treatment of Titanium*(钛的金属学和热处理)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2009
- [15] Qu Henglei(曲恒磊), Zhou Lian(周 廉), Zhou Yigang(周义刚) et al. *Rare Metals Letters*(稀有金属快报)[J], 2004, 23(10): 5
- [16] Huang Liping(黄礼平), Wang Jianlin(汪建林), Zhou Deyao(周德耀) et al. *Materials for Mechanical Engineering*(机械工程材料)[J], 2010, 15: 17
- [17] Sha Aixue(沙爱学), Wang Qingru(王庆如), Li Xingwu(李兴无). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2006, 35(3): 455
- [18] Mao Xiaonan(毛小南), Zhang Pengsheng(张鹏省), Yu Lannan(于兰兰) et al. *Rare Metals Letters*(稀有金属快报)[J], 2006, 25(6): 21
- [19] Lütjering G, Williams J C. *Titanium*[M]. Berlin: Springer, 2003
- [20] Zhao Yongqing(赵永庆), Chen Yongnan(陈永楠), Zhang Xuemin(张学敏) et al. *Phase Transformation and Heat Treatment of Titanium Alloys*(钛合金相变及热处理)[M]. Changsha: Central South University Press, 2012
- [21] Kar S K, Suman S, Shivaprasad S et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 610: 171

Effect of Step-quenching on Microstructure and Mechanical Properties of TC21 Titanium Alloy

Song Jingwen¹, Tan Changsheng¹, Sun Qiaoyan¹, Xiao Lin¹, Zhao Yongqing², Sun Jun¹

(1. State Key Laboratory for Mechanical Behavior of Materials, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

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

Abstract: The microstructures and the mechanical properties of TC21 titanium alloy obtained through step-quenching were investigated. The samples were solution treated at 900 °C for 0.5 h, and then the step-quenching experiments with temperature from 600 °C to 60 °C were carried out. The microstructure characteristics, hardness and tensile mechanical properties were studied. The results show that the width of secondary α lath gradually decreases from 600 °C to 400 °C, and nearly remains constant from 400 °C to 60 °C. The variation of the macro-Vickers hardness is the same as that of β_{trans} matrix. The elongation and the reduction of area slowly increase with the increasing of the quenching temperature. The Vickers hardness, yield strength and tensile strength increase with the decreasing of the width of secondary α lath. The microstructure with a good combination of strength and ductility was obtained through the step-quenching at 300 and 400 °C.

Key words: secondary α lath; step-quenching; microstructure; mechanical properties

Corresponding author: Sun Qiaoyan, Professor, State Key Laboratory for Mechanical Behavior of Materials, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, P. R. China, E-mail: qysun@mail.xjtu.edu.cn