

TA12A 钛合金热处理过程中等轴和片层 α 相演变行为研究

陈 飞¹, 周 瑜², 王 柯²

(1. 陕西宏远航空锻造有限责任公司, 陕西 咸阳 713801)

(2. 重庆大学 材料科学与工程学院, 重庆 400044)

摘 要: 对近 α 型 TA12A 钛合金进行热处理实验, 利用扫描电子显微镜 (SEM) 和电子背散射衍射 (EBSD) 技术对热处理后的微观组织进行观察, 研究了两相区固溶温度和冷却速率对微观组织的影响。研究表明: TA12A 钛合金在 980 和 1000 °C 保温后冷却时, β 相向 α 相转变, 一方面可以使得等轴 α 相长大, 另一方面也可析出片层 α 相。等轴 α 相长大过程中, 新长大的区域与初始等轴 α 相存在成分差异, 从而使新长大的区域在背散射电子成像模式下表现出 α 环状组织。空冷时, 因冷却速率较快, 使得片层 α 相快速形核并长大, 从而抑制了等轴 α 晶粒的长大。但是, 固溶温度对等轴 α 晶粒的长大和片层 α 相的析出行为影响较小。同时, 冷却速率显著影响片层 α 相的形核位置, 这与等轴 α 相的含量密切相关。

关键词: TA12A 钛合金; 热处理; 等轴 α 晶粒; 片层 α 相

中图分类号: TG166.5; TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1009-9964(2021)01-0001-05

Evolution of Equiaxed and Lamellar α Phase during Heat Treatment of TA12A Titanium Alloy

Chen Fei¹, Zhou Yu², Wang Ke²

(1. Shaanxi Hongyuan Aviation Forging Company Ltd., Xianyang 713801, China)

(2. School of Materials Science and Engineering, Chongqing University, Chongqing 400044, China)

Abstract: Heat treatment experiments were conducted on the near- α titanium alloy TA12A. The microstructure was observed using scanning electron microscopy (SEM) and electron backscattered diffraction (EBSD) method, and the effect of solution temperature in two phase region and cooling rate on the microstructure evolution was investigated. The results show that, during the cooling process after holding at 980 and 1000 °C, the transformation from β phase to α phase could make equiaxed α grain grow up and lamellar α phase precipitate. During the growth of equiaxed α grain, the composition of the new-growth region is different from that of the initial equiaxed α grain, which makes the new-growth region show an α ring structure under the SEM observation. The air cooling makes the lamellar α phase nucleate and grow rapidly, thus inhibiting the growth of equiaxed α grains. However, the solution temperature has little effect on the growth of equiaxed α grain and the precipitation of lamellar α phase. Furthermore, the cooling rate has a significant effect on the nucleation site of lamellar α phase, which is closely related to the content of equiaxed α grain.

Key words: TA12A titanium alloy; heat treatment; equiaxed α grain; lamellar α phase

钛合金具有比强度高、断裂韧性好、高温性能优良等特点, 是航空航天领域一种极为重要的金属结构材料。通过成分优化设计, 研制综合性能良好的高温钛合金, 一直是钛合金工作者的研究重点之

一^[1]。中国科学院金属研究所在 Ti55 钛合金的基础上, 增加了热强元素 Ta 和 Nb, 同时去掉了稀土元素 Nd, 研发出一种新的高温钛合金 TA12A。TA12A 钛合金属于近 α 型钛合金, 其稳定性与高温持久性能都极其优良, 可在 550 °C 的高温条件下长期工作, 同时具有较好的塑性。因此, TA12A 钛合金在航空领域得到了广泛的应用, 主要用于制造航空发动机

收稿日期: 2020-08-11

基金项目: 国家自然科学基金项目(51971046)

通信作者: 陈飞(1984—), 男, 工程师。

压机机盘、鼓筒、叶片等^[2,3]。

对于近 α 型钛合金,其 α 相通常表现出3种典型形貌,即等轴状初生 α 相、片层状次生 α 相和针状次生 α 相, α 相的形貌、尺寸和相对含量很大程度上决定了钛合金的力学性能^[2]。一般来讲,由等轴 α 相和片层 α 相组成的双态组织钛合金具有良好的综合性能^[3]。朱雪峰等^[4]研究指出,调控等轴 α 相和片层 α 相之间的相对含量是调控TA12A钛合金力学性能的有效手段。近 α 型钛合金棒材的生产一般经过2个阶段。第1阶段为铸锭的开坯锻造,此阶段可获得成分和组织较为均匀的魏氏组织,其 α 相呈片层状。第2阶段为两相区锻造,此阶段可以使片层组织发生球化,生成等轴 α 晶粒,并在一定程度上控制等轴 α 相和片层 α 相的尺寸和相对含量。同时,Li等^[5]和Zhu等^[6]研究指出,通过热处理可以调控近 α 型TA19和TA15钛合金中等轴 α 相和片层 α 相的相对含量,且等轴 α 和片层 α 相演变行为之间相互影响。然而,目前关于TA12A钛合金热处理过程中的微观组织演变行为研究较少,特别是等轴 α 和片层 α 相之间的相互影响机制尚未得到深入研究。因此,本研究针对TA12A钛合金开展热处理实验,研究固溶温度和冷却方式对微观组织的影响,并揭示等轴 α 相的长大机制、片层 α 相的形核机制及其二者之间的竞争关系。

1 实验

实验所用原材料为锻态TA12A钛合金棒材,其化学成分($w/\%$)为:Al 5.58, Zr 3.1, Sn 3.66, Nb 0.444, Si 0.314, Ta 0.467, Mo 0.686,其余为Ti。TA12A钛合金棒材原始组织为全等轴组织,如图1所示。通过金相法测得TA12A钛合金相变点为1010 $^{\circ}\text{C}$ 。

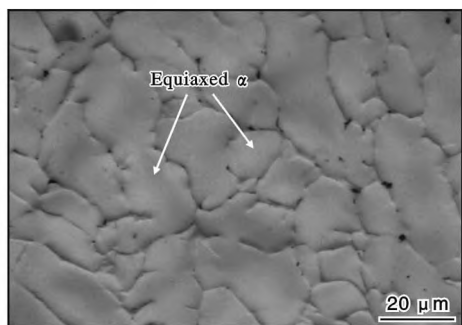


图1 TA12钛合金棒材的原始组织

Fig.1 Original microstructure of TA12A titanium alloy bar

从TA12A钛合金棒材上切取 $\phi 12\text{ mm} \times 10\text{ mm}$ 的圆柱体试样,并按照以下工艺开展热处理试验:试样升温至980和1000 $^{\circ}\text{C}$ 并保温40 min,然后分别以空冷、半开炉门冷却和炉冷3种冷却方式冷却至室温,3种冷却方式的冷却速率约为216、72、3 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ^[7]。TA12A钛合金试样热处理后,采用装有HKL电子背散射衍射(EBSD)分析系统的Tescan MIRA3扫描电子显微镜(SEM)进行组织观察,利用背散射电子成像(backscattered electron imaging, BSE)和EBSD技术分析组织中 α 相的析出机制。

2 结果与分析

2.1 热处理对初生 α 相和次生 α 相的影响

图2和图3分别为固溶温度为980和1000 $^{\circ}\text{C}$ 时,不同冷却方式下TA12A钛合金微观组织的SEM照片。热处理后,原始材料中的全等轴组织转变成了等轴 α 相+片层 α 相的双态组织。这是因为在升温 and 保温过程中,部分等轴 α 相逐渐转变成 β 相;在随后的冷却过程中,片层 α 相在 β 相基体中析出。同时,从图2和图3中还可以看出,冷却速率对等轴 α 相和片层 α 相的尺寸和相对含量影响显著。固溶温度一定时,随着冷却速率的降低,试样中等轴 α 相晶粒尺寸和片层 α 相的厚度逐渐增大,且等轴 α 相的含量逐渐增多,片层 α 相含量逐渐减少。

由此可见, β 相向 α 相转变的过程中,一方面 β 相可以向等轴 α 相转变,使得等轴 α 晶粒得以长大;另一方面, β 相也可以析出片层 α 相,且等轴 α 相的长大和片层 α 相的析出存在竞争关系。当冷却速率较大(空冷)时,等轴 α 相含量较少,片层 α 相含量较多,且片层厚度较小。这是因为较大的冷却速率增加了 β 相中的过冷度,从而促进了片层 α 相的形核,使得片层 α 相在较短的时间里便发生形核。片层 α 相形核后,可以沿片层长度方向迅速长大,片层厚度难以增大。因此,空冷条件下,较大的形核率使得片层厚度减小。同时,片层 α 相的快速析出可以抑制等轴 α 相的长大。随着冷却速率的减小(半开炉门冷却和炉冷), β 相中过冷度减小,增大了片层 α 相的形核难度,片层 α 相的形核需要更长的孕育期。在此孕育期内, β 相向等轴 α 相转变,使得等轴 α 相得以长大。同时,降低冷却速率会降低片层 α 相的形核率,使得片层 α 相粗化,厚度增加。

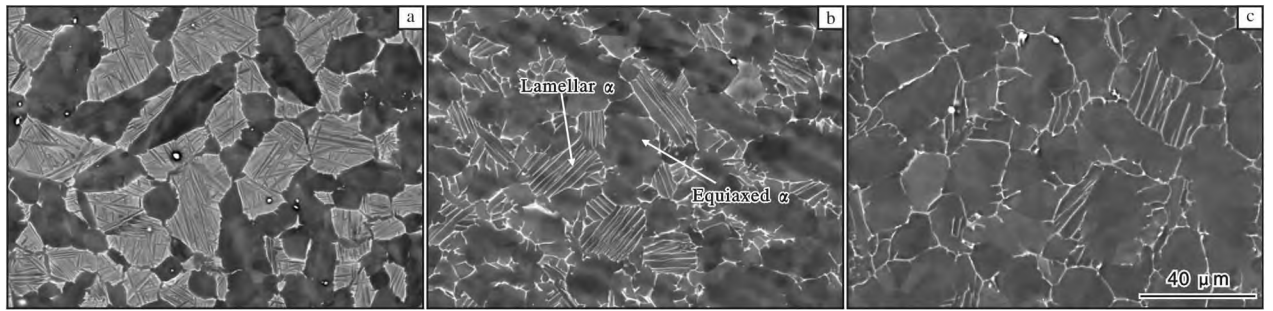


图2 固溶温度为 980 °C 时, 不同冷却方式下 TA12A 钛合金的 SEM 照片

Fig. 2 SEM microstructures of TA12A titanium alloy after solution treating at 980 °C and different cooling methods:

(a) air cooling; (b) cooling with semi-opening furnace; (c) furnace cooling

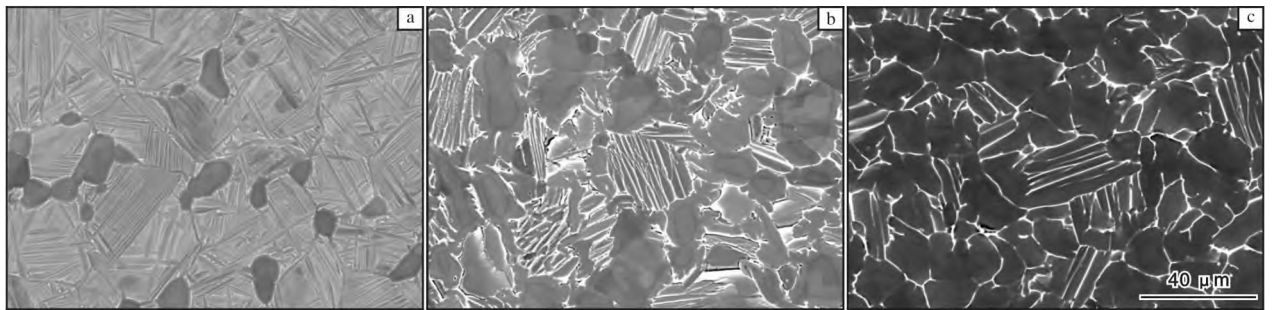


图3 固溶温度为 1000 °C 时, 不同冷却方式下 TA12A 钛合金的 SEM 照片

Fig. 3 SEM microstructures of TA12A titanium alloy after solution treating at 1000 °C and different cooling methods:

(a) air cooling; (b) cooling with semi-opening furnace; (c) furnace cooling

对比图2和图3可以发现, 当固溶温度由 980 °C 升高至 1000 °C 时, 等轴 α 相含量降低, 尺寸明显减小。这主要是因为固溶温度升高, 更多原始等轴 α 相向 β 相转变; 且转变后的等轴 α 晶粒尺寸更小。但是, 固溶温度对片层 α 相的尺寸影响较小, 这说明在 980 ~ 1000 °C 区间内, 升高固溶温度对片层 α 相的形核行为影响较小。

2.2 初生 α 相长大和次生 α 相析出机制

为了进一步研究固溶温度对等轴 α 晶粒长大的影响, 以及等轴 α 晶粒长大和片层 α 相析出之间的竞争关系, 本研究进一步对微观组织进行了深入观察。图4为 980 °C 保温及半开炉门冷却后 TA12A 钛合金微观组织的 BSE 和 EBSD 照片。从图4a中可以看出, 等轴 α 晶粒内具有一个环状组织, 且环状组织比等轴 α 相的中心区域亮度要高。为了方便描述, 将这种环状组织称之为 α 环(α ring)。利用背散射电子信号成像时, 背散射电子的产额与原子序数有关。原子序数越大的区域, BSE 照片呈现的颜色越明亮。双相组织钛合金在相平衡条件下, 会存在成分分配效应^[8], 即 α 相中富含 α 稳定元素, β 相

中富含 β 稳定元素。在 TA12A 钛合金片层 α 束域(图4a)中, α 相中富含原子序数较小的 Al, 而 β 相中富含原子序数较大的 Mo 元素。因此, α 相颜色灰暗, β 颜色明亮。同时, 等轴 α 晶粒中的 α 环和中心区域的颜色差异表明, 较亮的 α 环内原子序数比中心区域的原子序数大。

同时, 本研究通过 EBSD 分析了等轴 α 晶粒 α 环和中心区域的晶体取向。图4b为 EBSD 获得的欧拉图(Euler graph), 图4b右上角的插图 of EBSD 扫描区域的 BSE 照片。Euler 图利用晶粒的欧拉角进行成像, 颜色相同的晶粒取向一致。图4b中, 结合扫描区域的 BSE 照片和 Euler 图, 可以在 Euler 图中标识出 α 环的位置, 如白色虚线所示。由图4b可以看出, 等轴 α 晶粒的 α 环与中心区域晶体取向完全相同。因此, TA12A 钛合金冷却过程中, 等轴 α 晶粒的长大是一种外延长大机制。外延长大过程中, 初始的等轴 α 晶粒通过 α/β 相界面的迁移发生长大, 新长大的区域与初始的等轴 α 晶粒取向一致。但是, 由于新长大区域 Mo 含量较高^[9], BSE 照片中的亮度较初始区域较高。可见, BSE 照片下观察到的 α 环

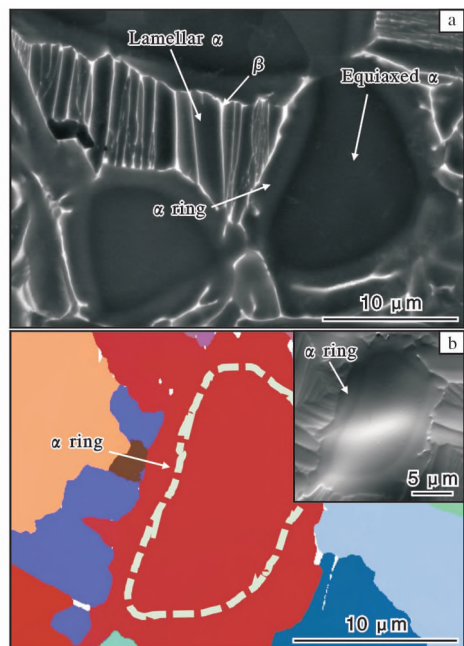


图4 固溶温度为980℃时,半开炉门冷却后TA12A钛合金的BSE像和EBSD照片

Fig. 4 BSE image (a) and EBSD map (b) of TA12A titanium alloy after solution treating at 980℃ and cooling with semi-opening furnace

即为等轴 α 晶粒在冷却过程中长大的区域。因此,根据 α 环的形貌特征,可以对冷却过程中等轴 α 相的长大行为进行分析。如图2和3所示,固溶温度一定时,随着冷却速率的降低, α 环的厚度逐渐增大。这表明降低冷却速率抑制片层 α 形核时,为等轴 α 晶粒的长大提供了时间,使得等轴 α 晶粒长得更大。同时,对比图2和3可以发现,相同冷却速率条件下,虽然固溶温度1000℃时的等轴 α 晶粒尺寸较980℃时的小,但是其 α 环的厚度变化很小。可见,固溶温度对等轴 α 晶粒的长大行为影响较小,不同固溶温度下的等轴 α 晶粒的晶粒尺寸主要是受 $\alpha \rightarrow \beta$ 相转变控制,固溶温度越高, $\alpha \rightarrow \beta$ 转变程度越大,因此等轴 α 晶粒尺寸越小。

从图2和3还可以看出,冷却速率对片层 α 相的形核位置影响显著。冷却速率较高时(空冷),可以看出完整的 β 晶粒,且在 β 晶界处析出连续的晶界 α 片层(图2a和3a)。此时,片层 α 相主要在 β 晶界处形核,并向 β 晶粒内部长大。冷却速率较低时(半开炉门冷却和炉冷),由于等轴 α 相长大较充分,使得在片层 α 相形核之前,等轴 α 相通过外延长大消耗了大量的 β 相,且较多等轴 α 彼此相连,

占据了原始的 β 晶界(图2b、2c、3b和3c)。因此,此时没有 β 晶界成为片层 α 相的形核位置,而片层 α 相只能在等轴 α 相与 β 相的界面上形核。

当片层 α 相在等轴 α 相晶界处形核时,由于等轴 α 相优先发生了长大,因此片层 α 相与等轴 α 相之间通常存在一个外延生长的 α 环,如图5a所示。然而,本研究发现,对于某些特殊的等轴 α 晶粒,他们与片层 α 相之间不存在 α 环,如图5b所示。这表明,对于这些等轴 α 晶粒,片层 α 相会优先形核,从而抑制了等轴 α 相的外延长大。这可能与等轴 α 相与 β 相的取向关系有关。Zhou等^[10]研究指出,当等轴 α 相与 β 相满足Burgers位向关系($\{0001\}_{\alpha} // \{110\}_{\beta}$ 及 $\langle 11\bar{2}0 \rangle_{\alpha} // \langle 111 \rangle_{\beta}$)时,片层 α 相倾向于优先在该等轴 α 相晶界上形核,形核后可使系统能量保持最低。

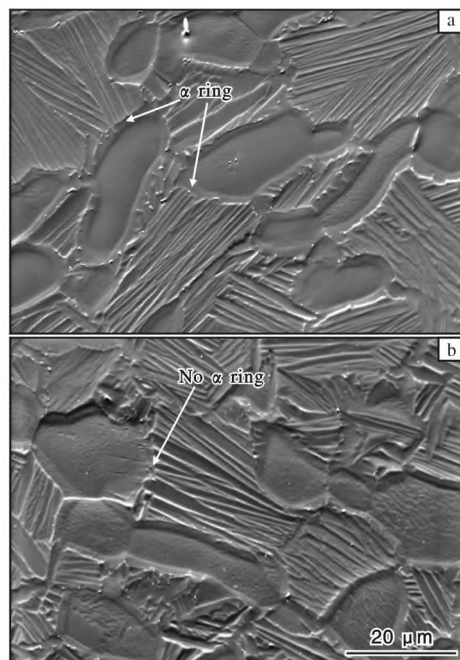


图5 等轴 α 晶粒与片层 α 相之间 α 环的SEM照片

Fig. 5 SEM images of α ring located between equiaxed α grain and lamellar α phase

3 结 论

(1)TA12A钛合金在980和1000℃保温后炉冷时,等轴 α 晶粒发生长大,新长大区域较初始区域亮度高,在背散射电子成像模式下表现出 α 环状组织。

(2)空冷条件下, β 相中过冷度较大,片层 α 相迅速形核并长大,从而抑制了等轴 α 相的长大。空

冷后等轴 α 相较少， β 晶界完整，片层 α 相主要在 β 晶界处形核。半开炉门冷却和炉冷条件下，片层 α 相的形核受到抑制，从而促进了等轴 α 相的长大。

(3)TA12A 钛合金固溶温度为 980 ~ 1000 $^{\circ}\text{C}$ 时，固溶温度对等轴 α 相的长大和片层 α 相的析出行为影响较小。

参考文献 References

[1] 曹京霞, 弭光宝, 蔡建明, 等. 高温钛合金制造技术研究进展[J]. 钛工业进展, 2018, 35(1): 1-8.

[2] Gao P F, Qin G, Wang X X, et al. Dependence of mechanical properties on the microstructural parameters of TA15 titanium alloy with tri-modal microstructure[J]. Materials Science and Engineering A, 2019, 739: 203-213.

[3] Lüttjering G. Influence of processing on microstructure and mechanical properties of ($\alpha + \beta$) titanium alloys[J]. Materials Science and Engineering A, 1998, 243: 32-45.

[4] 朱雪峰, 彭晖, 樊凯, 等. 热处理对 TA12A 钛合金微观组织和力学性能的影响[J]. 钛工业进展, 2018, 35(1): 26-29.

[5] Li D R, Wang K, Yan Z B, et al. Evolution of microstructure and tensile properties during the three-stage heat treatment of TA19 titanium alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2018, 716: 157-164.

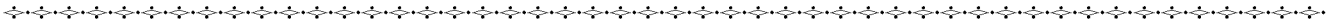
[6] Zhu S, Yang H, Guo L G, et al. Effect of cooling rate on microstructure evolution during α - β heat treatment of TA15 titanium alloy[J]. Materials Characterization, 2012, 70: 101-110.

[7] 栾佰峰, 薛姣姣, 柴林江, 等. 冷却速率及杂质元素对锆合金 $\beta \rightarrow \alpha$ 转变组织的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2013, 42(12): 2636-2640.

[8] 黄森森, 马英杰, 张仕林, 等. $\alpha + \beta$ 两相钛合金元素再分配行为及其对显微组织和力学性能的影响[J]. 金属学报, 2019, 55(6): 741-750.

[9] Gao X, Zeng W, Zhang S, et al. A study of epitaxial growth behaviors of equiaxed alpha phase at different cooling rates in near alpha titanium alloy[J]. Acta Materialia, 2017, 122: 298-309.

[10] Zhou Y, Wang K, Xin R L, et al. Effect of special primary α grain on variant selection of secondary α phase in a near- α titanium alloy[J]. Materials Letters, 2020, 271: 127766.



2019 年日本钛加工材在各个领域用量统计

应用领域	用量/t	应用领域	用量/t	应用领域	用量/t
化工	145	汽车	421	生活消费品	453
电力	465	船舶、海洋	22	医疗	140
电解	1419	能源	4	销售业	998
板式换热器	574	建筑、土木	26	其他	287
航空	984	体育用品	208	合计	6146

2019 年日本钛加工材出货量统计

类别	出货量/t	类别	出货量/t	类别	出货量/t
厚板	751	焊管	1318	锻件	1091
热轧板	460	无缝管	3	铸件	2
冷轧板	3548	棒材	1136	其他	0
带材	7567	丝材	427	合计	16 303

王运锋摘自《チタン》