

热处理对锻态 2.5%(TiB+TiC)/Ti 复合材料组织与性能的影响

张长江^{1,2}, 张树志¹, 侯赵平¹, 林 鹏¹, 孔凡涛², 陈玉勇², 吴东星³, 王 彬³

(1. 太原理工大学, 山西 太原 030024)

(2. 哈尔滨工业大学, 黑龙江 哈尔滨 150001)

(3. 齐齐哈尔市精铸良装备制造有限公司, 黑龙江 齐齐哈尔 161005)

摘 要: 研究了热处理条件对锻态 2.5%(TiB+TiC)/Ti (体积分数)复合材料显微组织和力学性能的影响。结果表明: 固溶时效处理对复合材料的基体组织特征有显著影响, 在两相区进行固溶时效处理后, 得到等轴和双态组织, 随固溶温度的升高, 初生 α 相含量逐渐降低, 而 β 转变组织含量逐渐升高, 当固溶温度超过 β 转变温度时, 得到全片层组织。TiB 和 TiC 增强相在热处理过程中较为稳定, 形态与分布无明显变化。固溶时效处理后, 锻态复合材料的抗拉强度提高而塑性降低, 随固溶温度的升高, 复合材料的室温抗拉强度和塑性均有明显增加, 而 650 °C 下抗拉强度与塑性随室温下表现出相反的规律。复合材料经 1050 °C/2 h/AC+600 °C/6 h/AC 处理后综合性能最好, 室温抗拉强度为 1215.8 MPa, 延伸率为 3.14%, 650 °C 下抗拉强度为 629.9 MPa, 延伸率为 15.9%。

关键词: 钛基复合材料; 热处理; 显微组织; 力学性能

中图分类号: TG146.2³

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2016)12-3172-05

颗粒增强钛基复合材料(PMTCs)既有钛合金的优良性能, 同时又具有比钛合金更高的比强度、比刚度和更好的耐高温性能, 有望作为航空航天、汽车工业等领域用结构材料。因此, 近年来受到研究者的极大青睐^[1-3]。原位自生的TiB晶须和TiC颗粒具有高强度、高模量, 密度和热膨胀系数与钛基体接近, 而被认为是PMTCs最理想的增强相^[4]。目前, 在已开发的制备PMTCs的多种方法中, 原位熔铸法因具有可制备大尺寸复杂零件、近净成形、工艺简单、成本低廉等突出优点而引起研究者的广泛关注^[2, 5, 6]。

众所周知, PMTCs的力学性能主要由钛基体、增强相及二者之间的界面共同决定。然而, 采用熔铸法制备的PMTCs基体组织粗大、增强相易于团聚, 室温塑性及高温性能差, 这无疑加大了PMTCs的应用难度^[7, 8]。因此, 很有必要通过热机械处理进一步改善TiB及TiC增强相的形貌和钛基体特征以期提高PMTCs的力学性能。Z. J. Wei等^[9]对10%TiC/Ti-6Al-4V(体积分数, 下同)的研究表明, 固溶处理过程中粗大的TiC枝晶发生球化, 球化的TiC颗粒能降低应力集中和钝化裂纹扩展从而提高室温压缩塑性。X. L. Guo等^[10]研究表

明可通过调控 β 热处理温度改变(TiB+La₂O₃)/Ti复合材料基体的初始 β 晶粒尺寸和 α 集群尺寸, 进而优化力学性能。可见, 热处理过程中基体组织的变化也会造成力学性能的差异。然而目前, 鲜有基体组织特性对(TiB+TiC)/Ti复合材料力学性能影响的文献报道。

基于此, 本研究对锻态2.5%(TiB+TiC)/Ti复合材料采用3种不同的热处理工艺, 以期探讨热处理对锻态2.5%(TiB+TiC)/Ti复合材料显微组织和力学性能的影响规律。

1 实 验

所用的2.5%(TiB+TiC)/Ti复合材料采用水冷铜坩埚真空感应熔炼炉熔炼, 基体是近 α 系高温钛合金 Ti-6Al-2.5Sn-4Zr-0.7Mo-0.3Si, 增强相 TiB 和 TiC(体积比 1:1)通过 Ti 与 B₄C、C 粉原位反应生成^[11]。铸锭经 650 °C/8 h/FC 退火处理后, 采用机加工方法获得无缺陷的圆柱体, 如图 1a 所示。在 1100 °C 保温 50 min 后, 铸锭经 1000~1050 °C 锻造空冷后得到如图 1b 所示的锻饼(总变形量 70%)。采用金相法测得复合材料的 $\alpha+\beta \rightarrow \beta$ 转变温度为 1070~1080 °C。选择在 $\alpha+\beta$ 相区较低温度、 $\alpha+\beta$ 相区较高温度和 β 相区进行固溶处理, 随后分别进

收稿日期: 2015-12-05

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51504163); 太原理工大学人才基金资助项目 (tyut-rc201343a); 太原理工大学校青年基金 (2013T003)

作者简介: 张长江, 男, 1985 年生, 博士, 讲师, 太原理工大学材料科学与工程学院, 山西 太原 030024, 电话: 0351-6010022, E-mail: zcj0408@163.com

行低温时效热处理的方法来研究其微观组织和力学性能关系, 具体热处理方案如表 1 所示。

采用 Quanta 200FEG 型扫描电子显微镜(SEM)和 Tecnai G2F30 型透射电子显微镜(TEM)观察复合材料的微观组织, 采用 Hitachi S-570 型电子显微镜观察拉伸断口组织, 物相分析利用 D/max-B 型旋转阳极 X 射线衍射仪。用 Instron-5500R(1186)电子万能试验机进行高温拉伸性能测试, 拉伸速率为 0.5 mm/min, 拉伸试样为薄片状, 标距部分尺寸为 20 mm×5 mm×2 mm。

2 结果与讨论

2.1 相分析

图 2 为锻态 2.5%(TiB+TiC)/Ti (体积分数) 复合材料热处理前后的 XRD 图谱。可以看出, 锻态复合材料主要由 α -Ti、TiC 和 TiB 3 种相组成。经 3 种不同的热处理工艺后, 未发现其它相的存在, 相组成仍是 α -Ti、TiC 和 TiB 3 种, 表明热处理并未改变钛基复合材料的相组成。较早的文献[12]已证实了热处理对 (TiB+La₂O₃)/Ti 相组成并无明显影响。

2.2 微观组织

图 3 为锻态 2.5%(TiB+TiC)/Ti 复合材料热处理前后的微观组织。从图 3a 可以看出, 短纤维状 TiB 和近等轴状的 TiC 增强相趋向于沿垂直于锻造方向定向分布, 部分高长径比的增强相发生折断, 在增强相折断

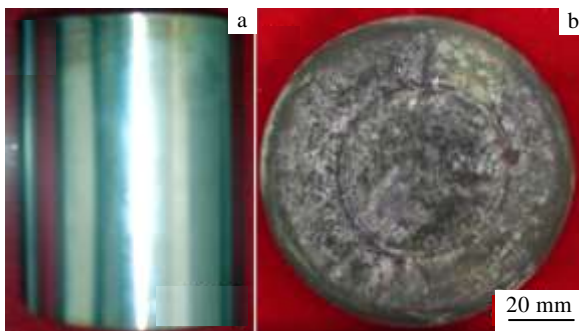


图 1 2.5%(TiB+TiC)/Ti 复合材料宏观照片

Fig.1 Macrographs of 2.5%(TiB+TiC)/Ti composites: (a) ingot and (b) pancake

表 1 锻态 2.5%(TiB+TiC)/Ti 复合材料的热处理方案

Table 1 Heat treatment regime of as-forged 2.5%(TiB+TiC)/Ti composites

Heat-treatment regime	Solution treatment	Aging treatment
HT1	1000 °C/AC/2 h	600 °C/AC/4 h
HT2	1050 °C/AC/2 h	600 °C/AC/4 h
HT3	1100 °C/AC/2 h	600 °C/AC/4 h

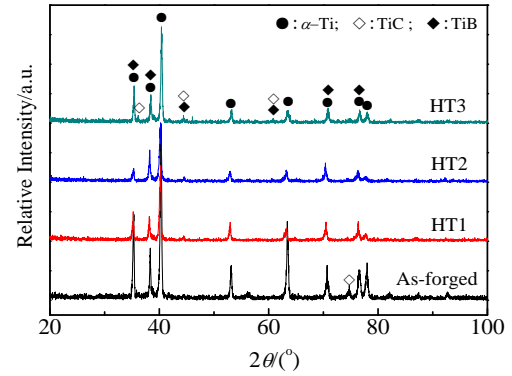


图 2 复合材料热处理前后 XRD 图谱

Fig.2 XRD patterns of the composites before and after heat treatment

根部并未观察到孔洞, 表明锻造过程中 TiB 和 TiC 增强相与基体之间能够很好的协调变形。另外, 锻态复合材料基体组织由粗大的初生 α 片层和近等轴化的 β 转变组织组成, α 片层沿垂直于锻造方向被拉长、扭折和弯曲。这种组织的形成主要是因为(α + β)两相区锻造过程温度较低, 初生 α 相含量较多且变形难度大, 动态再结晶进行的较为缓慢。从图 3b~3d 可以看出, 锻态复合材料经热处理之后, TiB 和 TiC 形态并没有明显的变化, 而复合材料基体组织变化较为显著。由图 3b 可见, HT1 热处理后, 基体为等轴组织, 由等轴状初生 α 相(α_p)与少量 β 转变组织(β_T)构成, 其中 α_p 体积分数约为 76%, α_p 尺寸约为 22.5 μ m; 而 HT2 热处理后, 基体为双态组织, 由等轴状初生 α 相与片层状的 β_T 组成, 其中 α_p 体积分数为 45%~50%, α_p 尺寸约为 18.8 μ m, 如图 3c 所示。经 HT3 热处理后, 等轴 α 相全部消失, 基体组织为全片层组织。可见, 随着固溶温度的升高, α_p 数量逐渐减少, β_T 含量逐渐升高。这主要是因为随着固溶温度的升高, α + β → β 转变速率提高, 大部分等轴 α_p 转变为 β 相, 在随后空冷过程中一部分 β 转变为马氏体 α' 相, 另一部分作为残余 β 相保留下来^[13,14]。因而, 当固溶温度从 1000 °C 升高到 1050 °C 时, 基体组织从等轴组织(图 3b)转变为双态组织(图 3c)。而当固溶温度达到 1100 °C 时(超过了 β 转变温度), α 相全部转变为 β 相, 空冷后全部得到 β_T 组织(图 3d)。

为考察热处理过程中 TiB 及 TiC 增强相与基体之间是否有界面产物产生, 以经 HT3 热处理后的复合材料界面特征为例进行了分析, 如图 4 所示。可以看出, 热处理后 TiB 和 TiC 增强相与基体界面非常干净, 不存在界面反应产物。这表明 (TiB+TiC)/Ti 复合材料热处理过程中不发生界面反应问题, 这主要归因于 TiB 及 TiC 增强相高温下良好的稳定性^[12,15]。

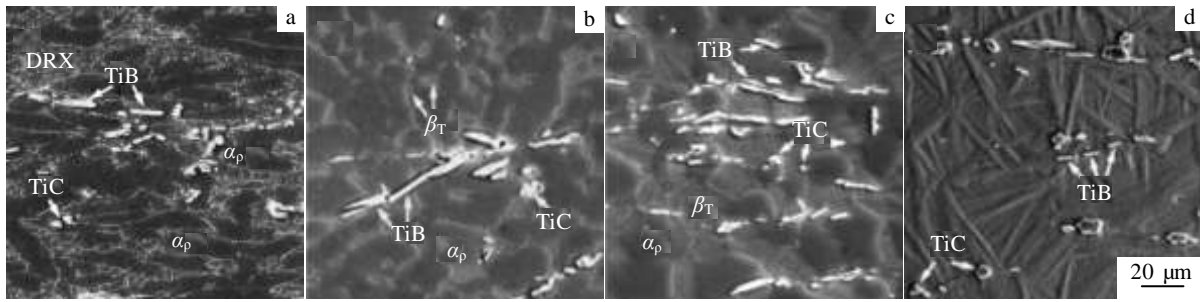


图 3 热处理前后复合材料锻饼中心区域显微组织

Fig.3 Microstructures of the center region of the composites before and after heat treatment: (a) as-forged, (b) HT1, (c) HT2, and (d) HT3

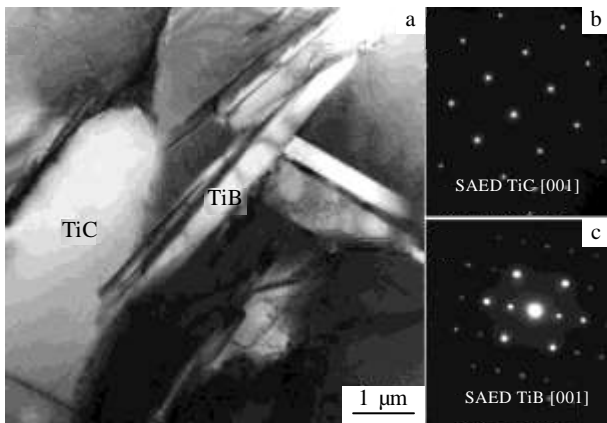


图 4 HT3 热处理后复合材料的界面形貌及相应的选区衍射花样

Fig.4 TEM image showing the interface characteristics of the composites via HT3 (a) and corresponding selected area electron diffraction patterns: (b) SAED pattern of TiC and (c) SAED pattern of TiB

2.3 拉伸性能

表 2 列出了锻态 2.5%(TiB+TiC)/Ti 复合材料不同热处理条件下的拉伸性能。从表 2 可以发现，热处理对复合材料室温及高温拉伸性能均有重要影响，热处理可明显提高复合材料的抗拉强度，而强度的提高总是伴随着塑性的降低。

表 2 复合材料热处理前后的拉伸性能

Table 2 Tensile properties of the composites before and after heat treatment

Conditions	25 °C		650 °C	
	UTS/MPa	δ /%	UTS/MPa	δ /%
As-forged	1169.3	4.95	601.7	19.2
HT1	1193.5	2.67	634.1	16.7
HT2	1215.8	3.14	629.9	15.9
HT3	1257.4	4.23	622.6	13.8

复合材料经热处理后，室温下基体为片层组织的复合材料抗拉强度最高，可达 1257.4 MPa，基体为等轴组织的复合材料抗拉强度最低，为 1193.5 MPa；而 650 °C 下抗拉强度差别不大，强度波动范围不超过 20 MPa。然而，650 °C 下抗拉强度规律与室温下表现出明显的不同，即基体为等轴组织的复合材料抗拉强度最高，而基体为片层组织的复合材料抗拉强度最低。研究^[13,14]表明马氏体 α' 相含量的增加有助于提高复合材料的抗拉强度。因此，热处理后抗拉强度的提高可主要归因于马氏体 α' 相含量的增加(图 3)。另外，Lütjering^[16]指出影响钛合金性能的最主要的组织参数为 α 相的尺寸。 α 片层的细化有助于强度的提高，因为位错的有效滑移距离降低。锻态复合材料经 3 种热处理后， α 相尺寸的减小无疑降低了位错的有效滑移距离，从而提高强度。而在 650 °C 下，经 3 种热处理后抗拉强度差别不大。这主要是由以下两方面原因引起的：(1) 马氏体 α' 相在高温下转变为 $\alpha+\beta$ 相，马氏体 α' 相引起的强化效果在高温下显著降低^[13]；(2) 650 °C 超过了基体合金的等强温度(600 °C)^[17]，细晶强化不再发挥作用。

值得指出的是，复合材料经热处理后，片层组织表现出较好的室温塑性，达到 4.23%，双态组织次之，等轴组织最差，仅为 2.67%。这与文献报道的钛合金等轴组织较片层组织室温塑性高^[14,16]的性能特点不相符。这主要归因于 TiB 晶须及 TiC 颗粒的存在，一方面增强相的存在使得等轴晶粒的变形变得困难，限制了等轴组织塑性好这一特性的发挥；另一方面片层组织中取向不一致的 α 集束较等轴组织更能有效阻碍裂纹扩展，缓解初期微裂纹聚集长大的进程，从而有利于室温塑性的提高。而 650 °C 下等轴组织塑性较好，双态次之，而片层最差，仅为 13.8% (表 2)。这主要归因于 650 °C 下基体严重软化，增强相与基体间的协调变形能力提高，等轴组织较片层组织易于变形的特点得到了有效的发挥。

2.4 断口分析

颗粒增强 PTMCs 的断裂方式主要有 2 种, 即低温下增强相粒子的断裂和高温下的界面脱粘^[18]。作者前期研究^[11]表明, 室温下铸态 2.5%(TiB+TiC)/Ti 复合材料的失效主要是由 TiB 晶须和 TiC 颗粒的断裂引起, 表明 TiB 晶须和 TiC 颗粒能够通过载荷传递强化钛基复合材料。因此, 对锻态 2.5%(TiB+TiC)/Ti 复合材料热处理前后的断口组织不再赘述。开发钛基复合材料的主要目的是为提高其服役温度, 因而有必要研究高温下复合材料的断裂特征。图 5 为复合材料热处理前后高温(650 °C)拉伸断口形貌。从图 5a 可以看出, 锻态复合材料断口组织由 TiB 和 TiC 的解理断面以及基体中的韧窝构成, 是一种准解理断裂特性。复合材料

经 3 种热处理后, 断口与锻态断口较为类似, 均能观察到增强相的解理断面, 而未发现增强相的拔出特征(图 6b~6d), 这表明 TiB 和 TiC 增强相与基体界面结合强度较高, 在 650 °C 条件下仍能够承担外加载荷, 强化基体^[19]。另外相比于锻态, 热处理后断口组织中韧窝数量有不同程度的减少, 表明热处理后复合材料塑性有不同程度的降低, 这与表 2 中 650 °C 下拉伸塑性是一致的。

特别提出的是, 从图 5b 所示的等轴组织断口可以发现, 韧窝主要分布在等轴 α_p 的晶界, 而 α_p 晶内仅有撕裂棱, 这充分表明 650 °C 下发生了高温晶界弱化, 晶粒细化无益于抗拉强度的提高。

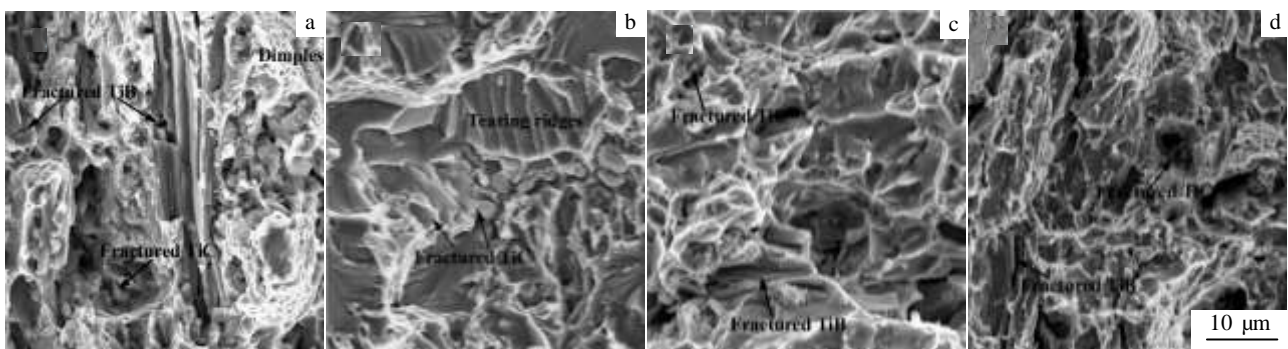


图 5 复合材料热处理前后 650 °C 高温拉伸断口形貌

Fig.5 Fracture morphologies of the composites before (a) and after heat treatment at 650 °C: (b) HT1, (c) HT2, and (d) HT3

3 结 论

1) 固溶时效处理对复合材料的基体组织特征有显著影响。在两相区进行固溶时效处理后, 得到等轴和双态组织, 随固溶温度的升高, 初生 α 相含量逐渐降低, β 转变组织含量逐渐升高, 当固溶温度超过 β 转变温度时, 得到全片层组织。

2) 固溶时效处理对复合材料中 TiB 和 TiC 增强相的形态、分布无明显影响, 固溶时效处理后增强相与基体界面无反应产物, 增强相较稳定。

3) 固溶时效处理后, 锻态复合材料的抗拉强度提高而塑性降低。随固溶温度的提高, 复合材料的室温抗拉伸强度和塑性均有明显增加, 而 650 °C 下抗拉强度与塑性与室温下表现出相反的规律。复合材料经 1050 °C/2 h/AC+600 °C/6 h/AC 处理后综合性能较好。

参考文献 References

[1] Tjong S C, Mai Y W. *Compos Sci Technol*[J], 2008, 68(3-4): 583

[2] Lü Weijie(吕维洁), Zhang Xiaonong(张小农), Zhang Di(张荻) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程) [J], 2000, 29(3): 153.

[3] Song Weidong(宋卫东), Ning Jianguo(宁建国), Mao Xiaonan(毛小南). *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程) [J], 2011, 40(9): 1555

[4] Huang L J, Geng L, Peng H X. *Mater Sci Eng A*[J], 2010, 527(24): 6723

[5] Tsang H T, Chao C G, Ma C Y. *Scr Mater*[J], 1997, 37(9): 1359

[6] Ma Z Y, Mishra R S, Tjong S C. *Acta Mater*[J], 2002, 50(17): 4293

[7] Ivasishin O M, Teliovich R V, Ivanchenko V G *et al. Metall Mater Trans A*[J], 2008, 39(2): 402

[8] Zhang C J, Kong F T, Xiao S L *et al. Mater Des*[J], 2012, 36: 505

[9] Wei Z J, Cao L, Wang H W *et al. Mater Sci Technol*[J], 2011, 27(8): 1326

[10] Guo X L, Wang L Q, Qin J N *et al. Trans Nonferrous Met Soc China* [J], 2014, 24(6): 1737

- [11] Zhang C J, Kong F T, Xiao S L *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2012, 548(548): 154
- [12] Li J X, Wang L Q, Qin J N *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2010, 527: 5812
- [13] Huang L J, Xu H Y, Wang B *et al. Mater Des*[J], 2012, 36(3): 695
- [14] Wang B, Huang L J, Geng L. *Mater Sci Eng A*[J], 2012, 558: 664
- [15] Qi J Q, Wang H W, Zou C M *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2012, 553: 59
- [16] Lütjering G. *Mater Sci Eng A*[J], 1998, 243: 35
- [17] Xiao L, Lü W J, Qin J N *et al. J Mater Res*[J], 2008, 23: 3070
- [18] Liu D, Zhang S Q, Li A *et al. J Alloy Compd*[J], 2010, 496(1): 189
- [19] Liu D, Zhang S Q, Li A *et al. J Alloy Compd*[J], 2009, 485(S1-2): 156

Effect of Heat Treatment on the Microstructure and Tensile Properties of As-forged 2.5%(TiB+TiC)/Ti Composite

Zhang Changjiang^{1,2}, Zhang Shuzhi¹, Hou Zhaoping¹, Lin Peng¹, Kong Fantao², Chen Yuyong²,
Wu Dongxing³, Wang Bin³

(1. Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, China)

(2. Harbin Institute of Technology, Harbin 150001, China)

(3. Qiqihar Jingzhuliang Equipment Manufacturing CO., LTD, Qiqihar 161005, China)

Abstract: The effects of heat treatment on microstructure and mechanical properties of as-forged 2.5%(TiB+TiC)/Ti composite (volume fraction) have been studied. The results show that solution and aging treatments have a significant impact on the matrix characteristics and tensile properties of the composite. Equiaxed, bimodal and fully lamellar microstructures are obtained, the content of primary α declines while the content of the transformed β phase increases with increasing of solution temperature. The TiB and TiC reinforcements are stable during heat treatment and their morphologies and distribution hardly change. The tensile strength increases while the elongation decreases after solution and aging treatment. With increasing of the solution temperature, both the tensile strength and elongation rise at room temperature, while the tensile strength and elongation tested at 650 °C exhibit a contrary tendency. After the heat treatment of 1050 °C/2 h/AC+600 °C/6 h/AC, the composite presents superior comprehensive properties including tensile strength of 1215.8 MPa and elongation of 3.14% at room temperature, while tensile strength of 629.9 MPa and elongation of 15.9% at 650 °C.

Key words: titanium matrix composite; heat treatment; microstructure; mechanical properties

Corresponding author: Zhang Changjiang, Ph. D., Lecturer, School of Materials Science and Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan 030024, P. R. China, Tel: 0086-351-6010022, E-mail: zcj0408@163.com