

# 预时效工艺对 Ti-3.5Al-5Mo-6V-3Cr-2Sn-0.5Fe 钛合金组织与性能的影响

杜赵新<sup>1</sup>, 刘国龙<sup>1</sup>, 崔晓明<sup>1</sup>, 刘慧敏<sup>1</sup>, 程 军<sup>2</sup>

(1. 内蒙古工业大学, 内蒙古 呼和浩特 010051)

(2. 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

**摘 要:** 对 Ti-3.5Al-5Mo-6V-3Cr-2Sn-0.5Fe 钛合金分别进行单级和双级时效热处理, 对比研究双级时效工艺对高强  $\beta$  钛合金组织与性能影响。单级时效温度为 550 °C, 双级时效工艺采用在 400 °C 预时效之后再行 550 °C 下的再时效处理。研究表明, 合金在 400 °C 预时效时析出了  $\omega$  相, 随着预时效时间的延长,  $\omega$  相最终转变为  $\alpha$  相。相比单级时效而言, 合金经双级时效后次生  $\alpha$  相显微组织得到明显细化, 其原因主要是因为预时效阶段为后续较高温度下次生  $\alpha$  相的形核与长大提供了更多的形核质点。双级时效工艺可以大幅提高合金的强度及硬度, 但是塑性略有下降。

**关键词:** 双级时效; 高强  $\beta$  钛合金;  $\omega$  相; 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(2019)06-1904-05

钛合金的密度小、强度高、抗腐蚀性能好以及生物相容性良好, 使其在航空航天、化工工业和生物医疗等领域有广泛的应用<sup>[1-4]</sup>。特别是其高的比强度, 令其在航空航天领域能替代钢铁实现飞行器减重的目的<sup>[5,6]</sup>。

高强  $\beta$  型钛合金是一种可热处理强化合金, 在热处理过程中会发生多种相变, 相变过程中形成的等温  $\omega$  相是一种亚稳态相。等温  $\omega$  相是硬脆相, 虽然可以提高合金的强度, 但是大量存在时, 合金的塑性会急剧下降<sup>[7-9]</sup>。目前, 各国学者对等温  $\omega$  相形成及其转变机制做了大量的研究。Yasuya 等人<sup>[10]</sup>在研究 Ti-9.87V-1.78Fe-3.2Al 合金时效处理过程中相转变时发现, 合金在 200~400 °C 时效可以形成等温  $\omega$  相, 尤其是在 300 °C 时效处理形成的等温  $\omega$  相可以辅助  $\alpha$  相形核, 产生均匀细小次生  $\alpha$  相; 另一方面, 等温  $\omega$  相还可以抑制  $\beta \rightarrow \alpha$  转变, 从而减少强度和硬度的损失。另外有研究证明, 利用等温  $\omega$  相辅助次生  $\alpha$  相形核, 可以得到纳米级的次生  $\alpha$  相; 而当快速加热时效, 避开等温  $\omega$  相形成, 则会产生粗大片状的次生  $\alpha$  相, 造成合金强度下降<sup>[11,12]</sup>。俄亥俄州立大学学者研究发现, 次生  $\alpha$  相在等温  $\omega$  相与  $\beta$  相相界面处形核长大, 并且与  $\alpha$  相和  $\beta$  相存在一定的位相关系<sup>[13]</sup>。目前, 对等温  $\omega$  相辅助次生  $\alpha$  相形核长大机制的研究较多<sup>[14,15]</sup>, 但是关于  $\omega$

相细化次生  $\alpha$  相对合金力学性能的影响规律方面的研究较少。为此, 本研究以 Ti-3.5Al-5Mo-6V-3Cr-2Sn-0.5Fe 高强  $\beta$  钛合金为研究对象, 对其分别进行单级和双级时效热处理, 进而揭示等温  $\omega$  相对高强  $\beta$  钛合金组织和力学性能的影响规律。

## 1 实 验

经 2 次真空自耗电弧熔炼制备出名义成分为 Ti-3.5Al-5Mo-6V-3Cr-2Sn-0.5Fe 的合金铸锭, 经开坯后, 多次锻造加工成棒材。通过金相法测定该合金的相变温度为 815~820 °C。图 1a 为合金的锻态组织。可以看出, 此时合金的组织中观察不到明显的晶界, 合金基体中存在一定量的  $\alpha$  相 (黑色点状), 呈等轴状均匀分布在合金基体中。图 1b 为合金锻态的 XRD 图谱。分析图谱可以发现,  $\beta$  相为合金中的主要相,  $\alpha$  含量较少, 锻造后合金由  $\alpha$  相和  $\beta$  相组成, 无其它相存在。

热处理工艺为在 830 °C ( $\beta$  区单相区) 固溶, 保温 0.5 h, 水淬。双级时效工艺为在 400 °C 预时效 0.5、2、4 和 8 h, 之后再行 550 °C/4 h 的高温时效处理。另增加单级时效 550 °C/4 h 为对比组。采用 Kroll 试剂对金相试样进行腐蚀; 通过扫描电镜进行显微组织观察和断口分析; 利用 X 射线衍射仪测定合金在不同时

收稿日期: 2018-06-04

基金项目: 国家自然科学基金青年基金 (516010990); 内蒙古自然科学基金 (2016BS0506); 内蒙古工业大学科学研究重点基金 (ZD201607); 内蒙古自治区重大基础研究开放课题

作者简介: 杜赵新, 男, 1985 年生, 博士, 副教授, 内蒙古工业大学材料科学与工程学院, 内蒙古 呼和浩特 010051, 电话: 0471-6575752, E-mail: duzhaoxin@163.com

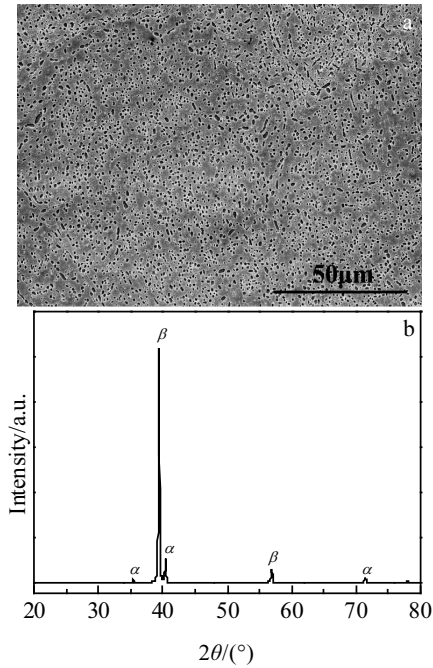


图 1 Ti-3.5Al-5Mo-6V-3Cr-2Sn-0.5Fe 合金锻态微观组织与 XRD 图谱

Fig.1 Microstructure (a) and XRD pattern (b) of the as-forged Ti-3.5Al-5Mo-6V-3Cr-2Sn-0.5Fe alloy

效工艺处理后的相组成；利用维氏显微硬度计和电子万能材料试验机测定合金在不同时效工艺处理后的室温力学性能。

## 2 结果与讨论

### 2.1 微观组织演变

图 2 是合金经 830 °C/0.5 h 固溶后的金相显微组织。可以看出，经过固溶处理后合金生成尺寸较大的等轴 β 晶粒组织，并且在金相图中没有观察到初生 α 相组织。

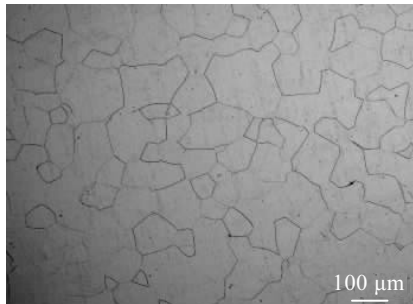


图 2 固溶后合金金相组织

Fig.2 Metallurgical microstructure of the alloy after solution

合金在不同热处理条件下的 XRD 图谱如图 3 所示。图 3a 为合金在预时效 400 °C 保温不同时间下的 XRD 图谱。可以看出，当时效时间为 0.5 h 时已经析出 ω 相，并且在 2 h 时仍然存在 ω 相。预时效时间延长至 4 h 后 ω 相消失，形成新的次生 α。说明在预时效 400 °C 条件下，随着时效时间延长，等温 ω 相分解消失，析出新的次生 α 相。图 3b 为单级时效及双级时效的 XRD 图谱。从图中可以看出，两种时效工艺下的合金相组成均为 α+β。对比图 3a 和图 3b 可知，预时效析出的 ω 相经 550 °C/4 h 时效后全部消失。预时效 4 和 8 h 形成的 XRD 衍射峰角度与双级时效后相近。由图 3a, 3b 可以推测出预时效 4 h 以后，发生相变 β+ω<sub>等温</sub>→β+α，当 ω 相分解后，出现新的 α 和 β 相<sup>[16]</sup>。

图 4 为不同工艺时效后的 SEM 显微组织。观察图像可以发现，经过时效后在合金基体中析出了大量的次生 α 相，深色沟状（如图 4a 箭头所示），并且时效工艺对次生 α 相具有显著的影响。从图中次生 α 相的尺寸可以看出，双级时效后的次生 α 相得到了明显细化。并且在双级时效状态下，随着预时效时间的延长，次生 α 相的尺寸也逐渐减小。

在双级时效状态下次生 α 相的细化原因可以主要

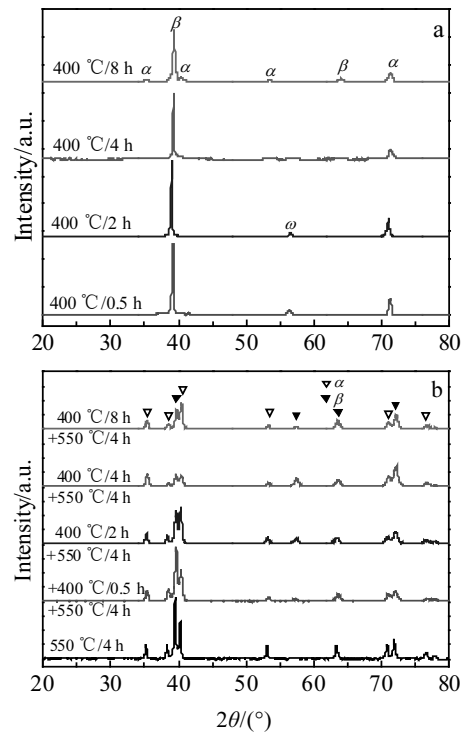


图 3 不同时效后合金的 XRD 图谱

Fig.3 XRD patterns of the alloy after different aging treatments: (a) pre-aging and (b) single aging + duplex aging

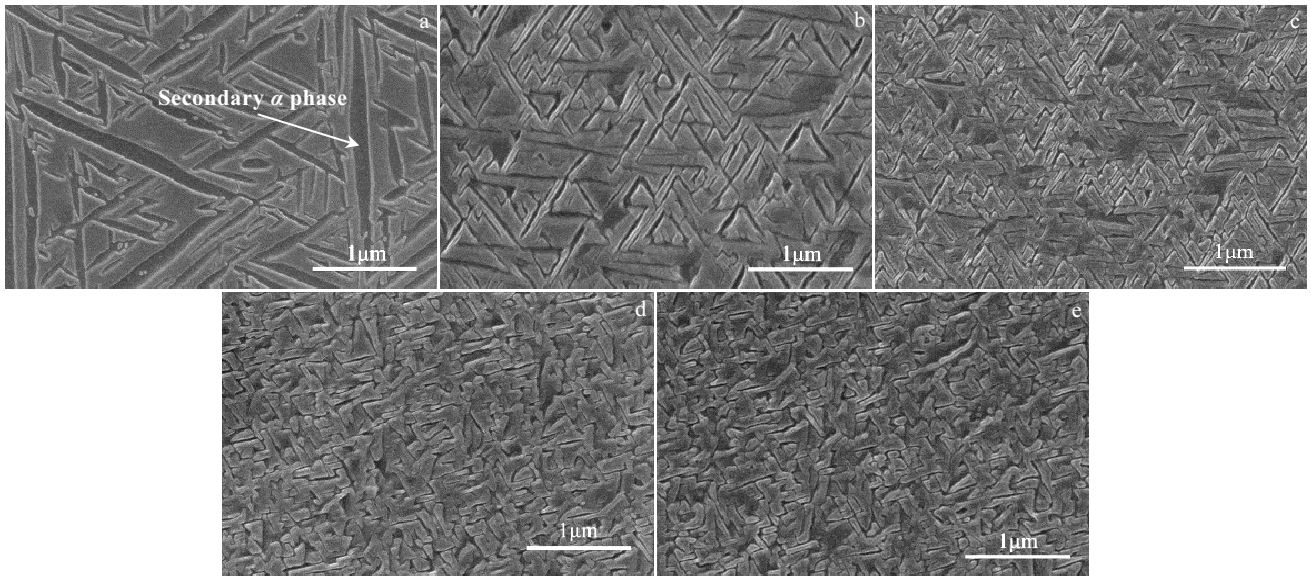


图 4 不同工艺时效后合金的 SEM 组织

Fig.4 SEM microstructures of the alloy after different aging treatments: (a) 550 °C/4 h, (b) 400 °C/0.5 h+550 °C/4 h, (c) 400 °C/2 h+550 °C/4 h, (d) 400 °C/4 h+550 °C/4 h, and (e) 400 °C/8 h+550 °C/4 h

归纳为以下两点：（1）合金在预时效阶段（0.5~2 h）析出了等温  $\omega$  相， $\omega$  相的析出为次生  $\alpha$  相的形核提供了大量的形核质点，次生  $\alpha$  相在  $\omega$  相界面形核，从而针状的  $\alpha$  相在长度方向快速长大，进而在  $\beta$  相中形成均匀细长针状  $\alpha$  相，形成了如图 4b、4c 中平整致密的次生  $\alpha$  相，从而起到细化次生  $\alpha$  相的作用<sup>[17]</sup>。另外预时效 2 h 条件下的次生  $\alpha$  相尺寸相比预时效时间为 0.5 h 要更小，主要是因为预时效时间的延长导致等温  $\omega$  相增多，从而致使次生  $\alpha$  相的形核质点增加。（2）由图 3a 可知，当预时效时间超过 4 h 时合金中已经不存在  $\omega$  相。由于预时效的温度较低， $\alpha$  相的析出驱动力较大，保温 4 h 后才有新的次生  $\alpha$  相析出<sup>[18]</sup>。再时效时，根据次生  $\alpha$  相的形态和分布可知， $\alpha$  有两种析出机制，一种是直接在  $\beta$  基体中析出长大，另一种是在预时效原有的次生  $\alpha$  相上继续长大，从而形成了短小而相对杂乱的组织(如图 4d、4e)。而在单级时效状态下，由于温度较高，过冷度较小而形核困难，所以  $\alpha$  相长大比较容易。因此由以上两种原因导致了双级时效条件下的次生  $\alpha$  相要比单级时效细小均匀得多。

## 2.2 力学性能

图 5 为不同时效工艺下合金的维氏显微硬度对比图。在 550 °C/4 h 时效工艺下，合金的硬度随着预时效时间的延长逐渐增加。双级时效对比单级时效硬度大幅度增加，是由于单级时效组织粗大，而双级时效经等温  $\omega$  相辅助次生  $\alpha$  相形核而变得细小均匀；双级

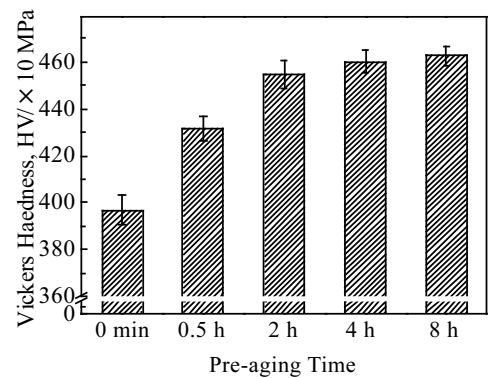


图 5 单级时效和双级时效工艺下合金的显微硬度

Fig.5 Comparison of microhardness of alloys between single aging and duplex aging treatments

时效硬度在预时效 2 h 后增加速度减慢。对比合金显微组织可以发现，预时效 2 h 后次生  $\alpha$  相细化的趋势不明显，导致了硬度增加缓慢<sup>[19]</sup>。

图 6 为合金在不同时效工艺下的室温拉伸性能。从图中可以看出，双级时效相比于单级时效合金强度有明显的提高，可提高 410~520 MPa。单级时效时合金的强度约为 1340 MPa，延伸率约为 7%。在双级时效条件下，当预时效时间为 0.5 h 时合金强提高 420 MPa，塑性损失较小；当预时效时间延长至 2 h 时，合金强度进一步明显提高，同时塑性也有明显下降。

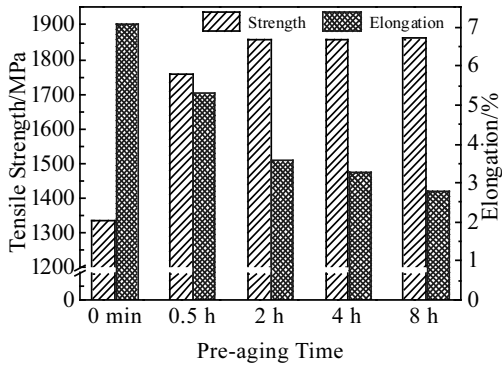


图 6 合金在不同时效工艺下的室温拉伸性能

Fig.6 RT tensile property of the alloy after different aging treatments

当预时效时间延长至 4~8 h 时，合金强度和塑性相比于预时效 2 h 时变化很小。类似典型的单峰时效硬化曲线第 1 阶段，随着时效时间延长，强度增加速度越来越慢<sup>[20]</sup>。

观察断口形貌（图 7）可以发现，单级时效断口有较多韧窝，表现出较好的塑性。双级时效条件下，预时效时间为 0.5 h 的合金拉伸断口韧窝较单级时效均匀，解理断裂出现，塑性损失较小。随着预时效时间延长，韧窝逐渐减少，解理断裂增加，塑性下降<sup>[21]</sup>。观察对比合金时效后的扫描微观组织（图 4），由于次生 α 相是 β 钛合金主要的强化因素。次生 α 相可以起到阻碍位错运动的作用，从而提高合金的强度。当次生 α 相较为粗大时，阻碍位错运动作用较为有限，断

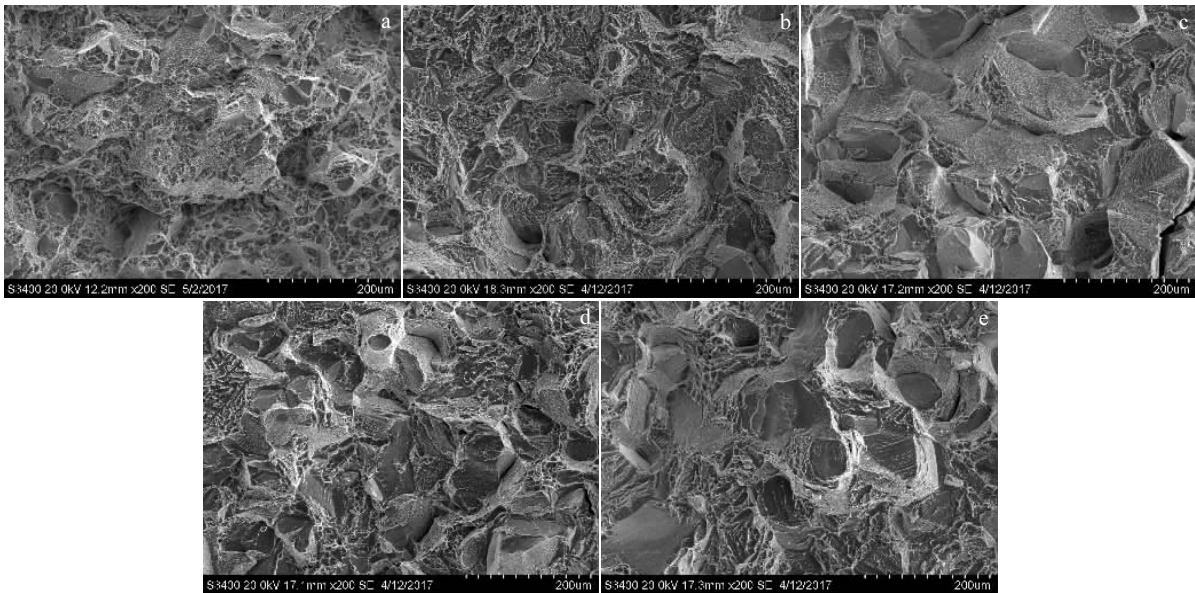


图 7 不同时效工艺下合金断口形貌

Fig.7 Fracture morphologies of the alloy after different aging treatments: (a) 550 °C/4 h, (b) 400 °C/0.5 h+550 °C/4 h, (c) 400 °C/2 h+550 °C/4 h, (d) 400 °C/4 h+550 °C/4 h, and (e) 400 °C/8 h+550 °C/4 h

口形貌表现出韧窝较多且合金塑性较好；当次生 α 相细化之后，在变形过程中次生 α 相可以有效地阻碍位错运动，断口韧窝减少，而强度却极大提高。这与 Terlinde 建立的微观结构裂纹扩展的模型结论一致，裂纹沿着针状的 α 相扩展，在一定的条件下降低了裂纹的扩展阻力<sup>[22]</sup>。

对比单级时效与双级时效的力学性能变化，单级时效形成粗大次生 α 相所对应的力学性能强度较低，而经过等温 ω 相辅助细化次生 α 相的双级时效，次生 α 相得到了大幅度细化，从而形成很高的强度水平。次生 α 相尺寸及体积分数对 β 钛合金影响可用式 (1) 表示<sup>[23]</sup>：

$$YS=850+d^{-1} \quad (1)$$

其中，YS 为合金屈服强度，d 为次生 α 相的间距。由式 (1) 可知，当次生 α 相体积分数越大，次生 α 相越细小，合金的强度越高。研究表明，钛合金时效后显微组织中次生 α 相的体积分数和形态决定材料的强度水平，时效析出弥散的次生 α 相是高强 β 钛合金强化的主要机制，晶粒尺寸决定合金的塑性，固溶后晶粒尺寸大于 100 μm，塑性较差<sup>[24]</sup>。粗大的晶粒之间协调变形能力较差，不能有效地阻碍裂纹的扩展，从而导致合金表现出了较差的室温塑性变形能力。

### 3 结 论

1) Ti-3.5Al-5Mo-6V-3Cr-2Sn-0.5Fe 合金通过 400

°C 预时效, 在 0.5~2 h 有  $\omega$  相析出, 延长至 4~8 h,  $\omega$  相消失。双级时效后可以大幅度细化次生  $\alpha$  相, 并且当预时效为 2 h 时达到最优效果。预时效 > 2 h 后, 双级时效组织无明显细化。

2) Ti-3.5Al-5Mo-6V-3Cr-2Sn-0.5Fe 合金通过双级时效, 可以大幅度提高强度和硬度, 并且随着预时效时间的延长, 双级时效后合金的强度和硬度逐渐增加, 在预时效 2 h 时, 达到较好力学性能匹配。

#### 参考文献 References

- [1] Boyer R R. *Materials Science and Engineering A*[J], 1996, 213(1-2): 103
- [2] Gurrappa. I. *Materials Characterization*[J], 2003, 51(2-3): 131
- [3] Pang J, Blackwood D J. *Corrosion Science*[J], 2016, 105: 17
- [4] Niinomi M, Nakai M, Hieda J. *Acta Biomaterialia*[J], 2012, 8(11): 3888
- [5] Boyer R R, Briggs R D. *Journal of Materials Engineering & Performance*[J], 2005, 14(6): 681
- [6] Cotton J D, Briggs R D, Boyer R R *et al.* *JOM*[J], 2015, 67(6): 1281
- [7] Šmilauerová J, Holý V, Harcuba P *et al.* *Proceedings of the 13th World Conference on Titanium*[C]. San Diego: John Wiley & Sons, Inc, 2016: 609
- [8] Li C, Lee D G, Mi X *et al.* *Journal of Alloys & Compounds*[J], 2013, 549: 152
- [9] Nejezchlebová J, Janovská M, Seiner H *et al.* *Acta Materialia* [J], 2016, 110: 185
- [10] Yasuya O, Toshitaka O, Kiyomichi N *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2001, 312(1-2): 182
- [11] Ivasishin O, Markovsky P, Semiatin S *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2005, 405(1): 296
- [12] Prima F, Vermaut P, Texier G *et al.* *Scripta Materialia*[J], 2006, 54(4): 645
- [13] Zheng Y, Deep C, Talukder A *et al.* *Scripta Materialia*[J], 2016, 123: 81
- [14] Zheng Y, Williams R, Wang D *et al.* *Acta Materialia*[J], 2016, 103: 850
- [15] He B, Cheng X, Li J *et al.* *Journal of Alloys & Compounds* [J], 2017, 708: 1054.
- [16] Wu Xiaodong(吴晓东), Yang Guanjun(杨冠军) Ge Peng(葛鹏) *et al.* *Titanium Industry Progress*(钛工业进展)[J], 2008, 25(5): 1
- [17] Li T, Kent D, Sha G *et al.* *Acta Materialia*[J], 2016, 106: 353
- [18] Zhao Yongqing(赵永庆), Chen Yongnan(陈永楠), Zhang Xue-min(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
- [19] Wang Zhe(王哲), Wang Xinnan(王新南), Zhu Liwei(祝力伟) *et al.* *Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2016, 36(5): 1
- [20] He Dan(何丹), Wang Qingjuan(王庆娟), Gao Qi(高颀) *et al.* *Chinese Journal of Rare Metals*(稀有金属)[J], 2016(7): 633
- [21] Meyers M, Chawla K. *Mechanical Behavior of Materials*[M]. New York: Cambridge University Press, 2009
- [22] Terlinde G, Rathjen H J, Schwalbe K H. *Metallurgical Transactions A*[J], 1988, 19(4): 1037
- [23] Froes F H, Bomberger H B. *Journal of Metals*[J], 1985, 37(7): 28
- [24] Shang Guoqiang(商国强), Kou Hongchao(寇宏超), Fei Yue(费跃) *et al.* *Rare Metal Materials & Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2010, 39(6): 1061

## Effect of Pre-aging on Microstructure and Mechanical Properties of Ti-3.5Al-5Mo-6V-3Cr-2Sn-0.5Fe Alloy

Du Zhaoxin<sup>1</sup>, Liu Guolong<sup>1</sup>, Cui Xiaoming<sup>1</sup>, Liu Huimin<sup>1</sup>, Cheng Jun<sup>2</sup>

(1. Inner Mongolia University of Technology, Hohhot 010051, China)

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

**Abstract:** The microstructure evolution and mechanical properties of Ti-3.5Al-5Mo-6V-3Cr-2Sn-0.5Fe alloy after single and duplex aging treatments were studied. The single aging temperature was 550 °C, while the duplex aging included pre-aging at 400 °C followed by re-aging at 550 °C. The results show that when the alloy is pre-aged at 400 °C, the  $\omega$  phase precipitates. As the pre-aging time extends, the  $\omega$  phase finally changes to the  $\alpha$  phase. Duplex aging is effective to yield the  $\alpha$  phase fine dispersion, and the pre-precipitated isothermal  $\omega$  phase provides more uniform nucleation positions for precipitation of  $\alpha$  phase than single aging so as to improve the alloy tensile strength and hardness greatly, but the ductility drops slightly.

**Key words:** duplex aging; high strength  $\beta$  titanium alloy;  $\omega$  phase; microstructure; mechanical properties

Corresponding author: Liu Huimin, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Inner Mongolia University of Technology, Hohhot 010051, P. R. China, Tel: 0086-471-6575752, E-mail: huimin\_72@yahoo.cn