

# Ti-6Cr-5Mo-5V-4Al 合金中 $\alpha$ 相的析出行为及力学性能的影响

查 友, 陈 威, 赵高峰, 王 悦, 孙巧艳, 肖 林, 孙 军

(西安交通大学 金属材料强度国家重点实验室, 陕西 西安 710049)

**摘 要:** 对比研究了 Ti-6Cr-5Mo-5V-4Al 合金双时效和单时效对  $\alpha$  相析出行为及力学性能的影响。组织观察显示, 合金固溶淬火后得到等轴  $\beta$  晶粒。经过低温预时效后, 在  $\beta$  晶内获得均匀弥散的  $\alpha$  相团簇组织, 但在  $\beta$  晶界出现无析出区(PFZ)。这种  $\beta$  晶内/晶界分区析出特征直接影响后续高温时效形貌。双时效后, 在  $\beta$  晶内析出细小均匀的  $\alpha$  相, 但在  $\beta$  晶界,  $\alpha$  相呈粗大片状。与之相比, 单时效后,  $\alpha$  相分布较为均匀, 都为粗大层片。拉伸结果表明, 与单时效试样相比, 双时效试样抗拉强度高达约 1630 MPa, 但延伸率较差 (约 2%)。这种高强度归结为组织中亚微米、纳米量级  $\alpha$  粒子强烈的析出强化效应, 而急剧的延性损失主要源于  $\beta$  晶界处粗大  $\alpha$  片诱发的形变局域化进而导致早期沿晶脆性断裂。

**关键词:** 钛合金; 热处理; 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(2020)06-2046-08

亚稳  $\beta$  钛合金由于具有高强度、高比强度、快速硬化能力及优良的损伤容限性能而被广泛应用于航空航天领域, 如飞机主起落架、紧固件以及其他对力学性能要求较高的零构件<sup>[1]</sup>。这类合金的高强度主要源于  $\beta$  基体上析出  $\alpha$  相导致的强烈析出强化效应。已有研究发现,  $\alpha$  相的尺寸大小、体积分数和位置分布等因素显著影响合金力学性能, 而这些形态学特征又与  $\alpha$  相的形核长大等析出行为密不可分<sup>[1]</sup>。因此, 有必要研究  $\alpha$  相的析出路径及其与力学性能之间的关系。

一般认为  $\beta$  晶界具有较高能量, 在形核阻力不变的情况下, 界面能可增加  $\alpha$  形核的驱动力, 因此  $\alpha$  相优先在  $\beta$  晶界形核。针对 Ti5553 合金中  $\alpha$  相析出的研究进一步显示, 与  $\beta$  相邻晶粒位向差也会影响晶界  $\alpha$  相的析出<sup>[2,3]</sup>。同时, 第二相析出具有强烈的变体选择效应<sup>[2,3]</sup>。对于  $\alpha$  相向  $\beta$  晶内长大形成平行的  $\alpha$  板条魏氏组织, 目前存在两种理论模型。Appolaire 等<sup>[4]</sup>认为  $\alpha$  相魏氏体以感生方式形核长大, 其与晶界  $\alpha$  相具有不同的晶体位向。相反, Sun 等<sup>[5]</sup>则认为, 晶界  $\alpha$  相与  $\beta$  晶界处于亚稳状态, 且界面向晶内突出, 这有益于  $\alpha$  相形核长大, 最后生成的魏氏体板条与晶界  $\alpha$  相具有相同的晶体位向。同时, 研究发现, 亚稳第二相也可以辅助  $\alpha$  形核, 进而改变  $\alpha$  相的显微形态。 $\omega$  相作为亚稳  $\beta$  钛合金非平衡状态下存在的一种常见亚稳

相, 近几年人们对其作为  $\alpha$  相前驱体进行了细致的显微学研究。但在  $\alpha$  相形成过程中扮演的角色目前还存在较大争议。第 1 种理论认为,  $\alpha$  相在距离  $\beta/\omega$  相界面一定距离处形核<sup>[6]</sup>。等温  $\omega$  相形成过程中将  $\alpha$  相稳定元素排斥到  $\beta$  相中, 这些元素在距离  $\beta/\omega$  相界面一定位置处富集<sup>[6]</sup>。第 2 种理论坚持认为,  $\alpha$  相在  $\omega$  相的内部通过位错机制形核<sup>[7]</sup>。第 3 种理论却认为,  $\alpha$  相在  $\beta/\omega$  相界面上的  $\alpha$  稳定元素富集区通过位移+扩散混合模式形核<sup>[8]</sup>。近来, Li 等<sup>[9]</sup>在对 Ti6554 合金的研究中发现,  $\alpha$  相最初在  $\alpha/\omega$  界面处以位移方式形核, 随后在  $\alpha/\beta$  界面又以扩散方式长大。除了  $\omega$  相,  $\beta'$  相作为前驱体的角色同样被研究。和  $\omega$  相一样, 其具体的形核位置, 目前也是说法不一。Williams 等<sup>[10]</sup>在 Ti-Mo-Al 系合金中观察到  $\alpha$  相可在  $\beta'$  相内部形核。但是, Zhu 等<sup>[11]</sup>人对 Ti-25Nb-3Mo-3Zr-2Sn 合金进行高分辨 TEM 观察发现,  $\alpha$  相在  $\beta/\beta'$  的相界面处形核, 在  $\alpha/\beta'$  界面处  $\alpha$  相以台阶机制长大。从以上研究可见, 尽管针对  $\alpha$  相的析出行为研究颇多, 但是, 目前尚未形成统一结论, 在一些方面仍然存在很大争议。

$\alpha$  相的析出路径强烈影响合金力学性能, 使得强塑性在很大范围内变动。作者先前针对 Ti1023 合金的研究发现<sup>[12]</sup>, 采用直接时效处理, 可使合金强度在 1100~1350 MPa 范围内变化, 延伸率相应地在 0.5%~

收稿日期: 2020-06-17

基金项目: 国家自然科学基金 (51301127, 51871176); 陕西省自然科学基金 (2018JM5098)

作者简介: 查 友, 男, 1994 年生, 硕士, 西安交通大学金属材料强度国家重点实验室, 陕西 西安 710049, 电话: 029-82668614, E-mail: 690087158@qq.com

7%范围内变动。但是经过预应变引入应力诱发马氏体相变改变  $\alpha$  相析出路径,可抑制晶界  $\alpha$  相薄膜的形成,合金在保持直接时效强度水平的同时,大幅提高塑性,提升率近 100%<sup>[12]</sup>。同时也发现,通过双步时效工艺,借助低温时效获得热弹马氏体进而改变  $\alpha$  相析出途径亦可在保持合金高强度的同时大幅提高塑性<sup>[13]</sup>。近来,Devaraj 等<sup>[14]</sup>在  $\beta$  基体中设计了微/纳米尺度的  $\alpha$  相层级组织(hierarchical microstructure),使得 Ti-1Al-8V-5Fe 合金的抗拉强度提高至 1690 MPa 并具有 4%~6%的延伸率。同样,Mantri 等<sup>[15]</sup>对  $\beta$ 21S 合金中  $\alpha$  相尺寸进行了调控,他们通过双步时效,利用  $\omega$  质点的前驱体作用将  $\alpha$  相大幅细化到纳米尺度,使得合金强度量级达到前所未有的 1800 MPa。这些研究表明,调控  $\alpha$  相的析出路径,设计合适的热处理制度,有益于发掘合金性能潜力。针对一种合金,特别是新合金,为了建立  $\alpha$  相析出行为和力学性能的映射关系,需要进行相关的实验研究。

Ti-6Cr-5Mo-5V-4Al(Ti6554)合金是近些年来研发的一种高强高韧亚稳  $\beta$  钛合金,其在宇航、船舶和兵器等领域具有广阔的应用前景<sup>[9]</sup>。作为一种新型钛合金,当前的研究主要涉及  $\omega$ 、 $\beta$ 、 $\alpha$  相变及力学性能测试,研究并不系统深入,这不利于对这一合金的综合认识以及性能潜力发掘。本实验系统研究了 Ti6554 合金中  $\alpha$  相的析出行为及其对力学性能的影响,通过时效工艺改变  $\alpha$  相的形核生长条件,进而改变微观组织,探索与力学性能之间的对应关系,以期为该合金的应用开发提供一定的理论基础和实验数据。

## 1 实 验

实验所用材料为  $\beta$  单相区热轧的 Ti6554 合金,尺寸为  $\Phi 29$  mm 的棒材,实际化学成分是 Ti-5.47Cr-5.33Mo-5.07V-4.53Al(质量分数,%)。合金的  $\beta$  相变点测定为  $790 \pm 10$  °C。将合金棒材线切割后在热处理炉中进行固溶+时效处理。本实验采取 2 种热处理制度:单时效(single aging)和双时效(double aging)。具体的热处理工艺流程如图 1 所示。

热处理后,将所有棒料加工成标距为  $\Phi 6$  mm $\times$ 30 mm 的标准拉伸试样。室温拉伸试验在 Instron 1195 材料试验机上进行,夹头移动速率为 1 mm/min,试样拉伸直至断裂。同时,采用 HVS-50Z/LCD 数字式转塔维氏硬度仪进行硬度测试,施加载荷为 1.96 N,保载时间为 15 s,同一试样至少测定 15 个点并取平均值。物相分析在 X'Pert Pro X 射线衍射仪上进行。使用 Nikon MA200 金相显微镜,Hitachi SU6600 扫描电镜和 JEM-200X 透射电镜进行微观组织观察表征。

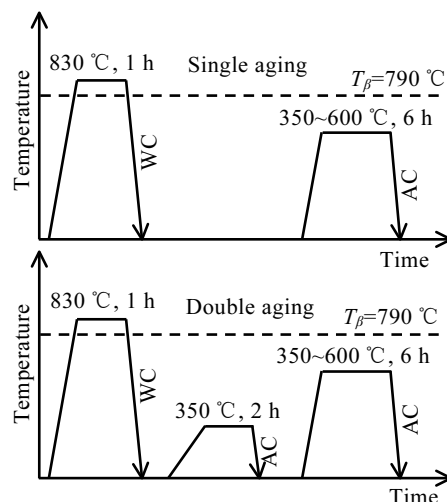


图 1 2 种热处理工艺流程图

Fig.1 Schematic drawing of two heat treatment processes

(WC: water cooling; AC: air cooling)

## 2 结果与分析

### 2.1 固溶组织

Ti6554 合金固溶水淬后的显微组织由等轴晶粒组成,平均晶粒尺寸为 80  $\mu$ m (图 2a),XRD 分析表明,这些晶粒均为  $\beta$  相。图 2b 是电子束沿 $[110]_{\beta}$ 入射的 TEM 形貌。可以看出,明场像衬度均匀。但是,对应的选区电子衍射花样(SAED)显示,除  $\beta$  基体的主衍射斑点 $\{002\}_{\beta}$ 、 $\{110\}_{\beta}$ 、 $\{112\}_{\beta}$ 外,在这些斑点围成的矩形内还存在微弱的衍射条纹,如图中箭头所示。这表明,合金淬火后, $\beta$  基体处于亚稳状态,在基体内形成第二相。但是,这种衍射条纹与等温  $\omega$  相明锐的孤立衍射斑点不同,强度十分微弱,很难拍取暗场像。在 Li 等人的研究中将其称为无公度胚胎型  $\omega$  相(incommensurate embryonic  $\omega$  phase)<sup>[9]</sup>。

### 2.2 预时效组织

图 3 显示的是合金试样经过低温预时效(350 °C 保温 2 h,空冷)后的 TEM 像。可以看出,在  $\beta$  晶内析出了分布比较均匀的团簇组织,直径在 200 nm 左右(图 3a)。仔细观察,这些团簇由许多纳米细针组成。相比于固溶组织的衍射斑点,预时效后 $\{002\}_{\beta}$ 、 $\{110\}_{\beta}$ 、 $\{112\}_{\beta}$ 斑点围成的矩形中衍射条纹变得更为清晰,甚至在个别位置出现孤立斑点。斑点标定表明,这些条纹对应着  $\omega$  相,而在  $1/2\{112\}_{\beta}$  位置处的斑点对应  $\alpha$  相,如图 3a 插图中箭头所示。因此,结合 TEM 明场像,可以知道,这些纳米细针为  $\alpha$  相。可能通过如下过程形成:固溶淬火析出的无公度胚胎型  $\omega$  相在随后

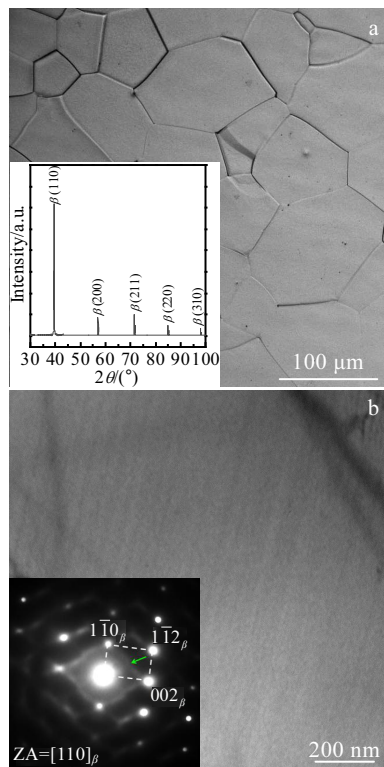


图 2 固溶处理后的 Ti6554 合金组织

Fig.2 Microstructures of the quenched Ti6554 alloy: (a) OM image (inset is corresponding XRD pattern) and (b) TEM morphology (inset is corresponding SAED pattern)

的低温预时效过程中逐渐转变为有公度等温  $\omega$  相, 同时伴随着元素再分配。在等温  $\omega$  相内部合适的浓度和晶体结构位置处, 纳米  $\alpha$  针形核生长<sup>[9]</sup>。

同时, 还可以观察到, 在  $\beta$  晶界附近并不形成这种  $\alpha$  团簇组织, 典型形貌如图 3b 所示。也就是说, 在  $\beta$  晶界附近形成无析出相区 (precipitate free zone, PFZ)。PFZ 宽度在 3  $\mu\text{m}$  左右。这种 PFZ 现象在其他一些亚稳  $\beta$  钛合金中也被观察到, 如 Ti-13V-11Cr-3Al<sup>[16]</sup>、Ti-35Nb-7Ta<sup>[17]</sup>。

### 2.3 单时效及双时效组织

合金试样经过单时效和双时效后, 物相都由  $\alpha$  相和  $\beta$  相组成, 由于篇幅限制, 这里不再给出相应的 XRD 图谱。图 4 显示的是经过两种时效制度处理后的 SEM 形貌。可见, 双时效试样在较低时效温度(440  $^{\circ}\text{C}$ )下即可快速实现  $\beta$  晶内  $\alpha$  粒子的均匀析出 (图 4a)。SEM 进一步放大显示,  $\alpha$  相为等轴粒子, 尺寸在 100 nm 左右。但是, 在  $\beta$  晶界附近, 析出的  $\alpha$  相呈针状, 尺寸相对于  $\beta$  晶内  $\alpha$  粒子粗大, 数量密度较少。其分布具有一定厚度, 尺寸也在 3  $\mu\text{m}$  左右, 这与低温预时效时

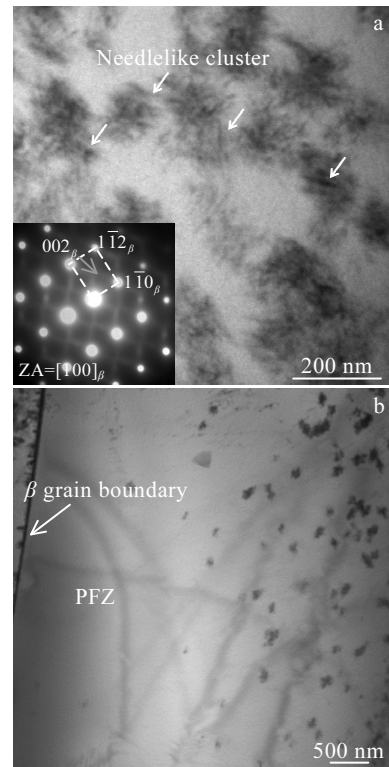


图 3 预时效后 Ti6554 合金试样的微观组织

Fig.3 Microstructures of Ti6554 samples after the pre-aging: (a) TEM morphology inside  $\beta$ -grain interior (inset is SAED pattern on  $[110]_{\beta}$  zone axis) and (b) TEM morphology adjacent to  $\beta$ -grain boundary ('PFZ' represents precipitate-free zone)

产生的  $\beta$  晶界无析出区(PFZ)有关(图 3b)。

单时效相同温度后,  $\alpha$  相在  $\beta$  晶界大量析出, 但在  $\beta$  晶内析出数量较少且不均匀, 出现大量无析出区 (PFZ)。并且  $\alpha$  相呈针状, 相对于双时效析出的  $\alpha$  相明显粗大, 并且尺寸变化范围较大(图 4b)。

当时效温度增加到高温, 如 600  $^{\circ}\text{C}$ , 可以看到双时效后  $\beta$  晶内  $\alpha$  粒子尽管有所长大, 但是远小于单时效  $\alpha$  针片尺寸 (图 4c)。同时,  $\beta$  晶内和晶界附近的  $\alpha$  相形貌特征仍然区别明显, 晶内  $\alpha$  粒子较细而晶界处  $\alpha$  针片粗大。这种  $\alpha$  相的析出特征也在  $\beta$ 21S 钛合金中有过报道<sup>[15]</sup>。但是, 对于单时效,  $\beta$  晶内和晶界附近的  $\alpha$  形貌大体类似, 都为粗大片状  $\alpha$ , 没有明显的形貌差别 (图 4d)。同时, 不论是单时效还是双时效, 在  $\beta$  晶界上都形成了晶界  $\alpha$  相薄膜。这表明, 在长时间时效过程中,  $\beta$  晶界仍然是  $\alpha$  相优先长大的位置, 通过目前的工艺并不能有效抑制其形成。

进一步, 对 2 种时效制度处理后的试样组织进行了定量统计, 如图 5 所示。用  $\alpha$  相的面积分数近似表征组

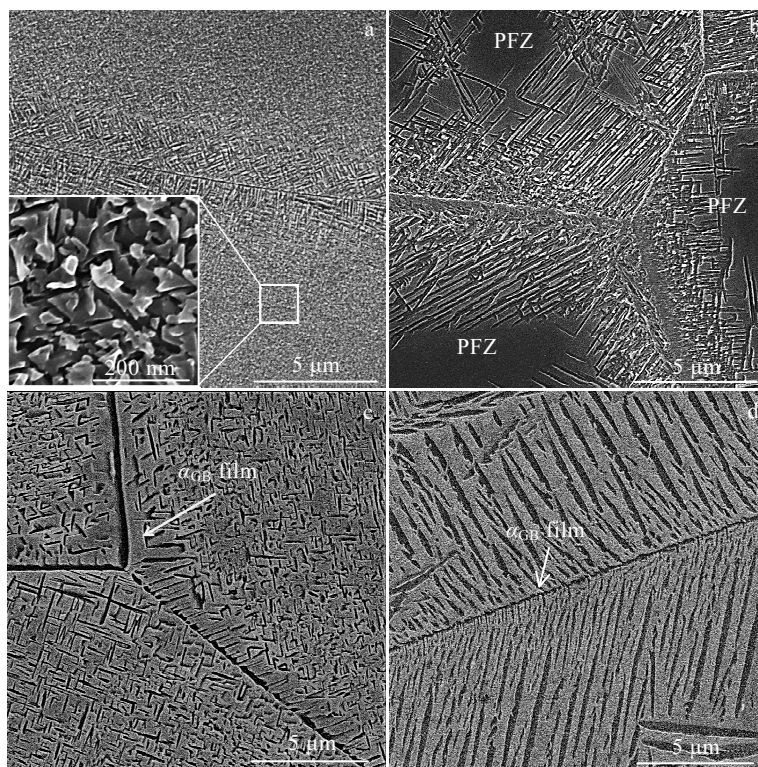


图4 Ti6554 合金试样双时效和单时效后的组织形貌

Fig.4 SEM morphologies of Ti6554 samples subjected to double aging (a, c) and single aging (b, d) at 440 °C (a, b) and 600 °C (c, d) (inset is the magnification of the rectangle in Fig.4a)

织中  $\alpha$  相含量。结果表明,在同一时效温度下,合金经过 2 种时效处理后  $\alpha$  相含量差别不大,并且随着时效温度升高,组织中  $\alpha$  相含量逐渐降低(图 5a)。由此可见,单、双时效处理过程中,合金已经接近或达到热力学平衡状态。合金在平衡状态下的相含量由杠杆定律定量决定,而与具体时效路径无关。采用单位面积内  $\alpha$  相的数量近似表征  $\alpha$  相的数量密度,统计结果如图 5b 所示。可见,与  $\alpha$  相面积分数不同,双时效处理后合金组织中的  $\alpha$  相数量密度明显高于单时效,例如经 480 °C 双时效后,  $\alpha$  相数量密度高达  $200/\mu\text{m}^2$ ,而单时效仅为  $25/\mu\text{m}^2$ 。但是,随时效温度增加,2 种时效工艺下的  $\alpha$  相数量密度都急剧减小。同时,晶内  $\alpha$  相宽度的统计结果表明,较低温度下时效(如 480 和 520 °C),单、双时效处理后  $\alpha$  相宽度相差不大(图 5c)。但是,在较高时效温度下,如 600 °C,双时效的  $\alpha$  片层厚度更为细小,这意味着双时效过程中  $\alpha$  相具有更好的抵抗热致粗化能力。对晶界  $\alpha$  相宽度的统计也呈现了上述晶内  $\alpha$  相宽度相似的结果(图 5d),在较低时效温度下,单、双时效效果差别不大。但是,当温度升高时,单时效后晶界  $\alpha$  相显著宽化。这表明,双时效尽管不能完全阻止

晶界  $\alpha$  相的生成,但仍具有一定的抑制晶界  $\alpha$  相长大粗化的能力。

## 2.4 力学性能

合金试样固溶淬火后的维氏硬度值测定为约 2627.3 MPa。预时效后,硬度值增加到 3145.1 MPa。这种硬度的增加归结为  $\beta$  晶内析出的细小、均匀针状  $\alpha$  团簇(图 3a)。试样经过不同温度单、双时效处理后的硬度测试结果见图 6。明显可以看出,在同一时效温度下,双时效后合金的硬度总是高于单时效。这表明,双时效处理使得合金硬化。同时,随时效温度增加,双时效硬度的变化规律为先升高后降低,在 420~440 °C 时达到硬度峰值,为 4827.8 MPa。而对于单时效,硬度值随温度增加呈现了 3 个阶段,其变化趋势是先降低后增加然后再次降低,在 420 °C 出现硬度谷值 3059.1 MPa,在 480 °C 出现硬度峰值 4293.5 MPa。

根据维氏硬度-时效温度关系曲线,选择了 2 种时效制度下的峰值硬度试样进行拉伸性能测试,应力-应变关系曲线如图 7 所示。可见,单时效后强度处于 1300 MPa 量级水平,而双时效工艺大幅提高合金强度,抗拉强度值高达约 1630 MPa,极其接近 Devaraj 等在 Ti-1Al-8V-5Fe

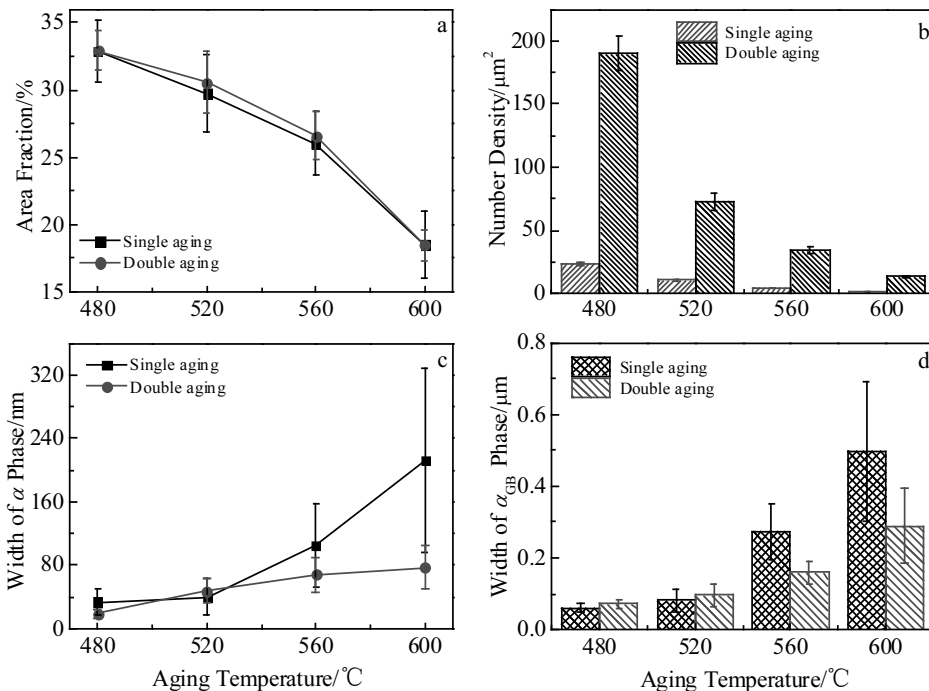
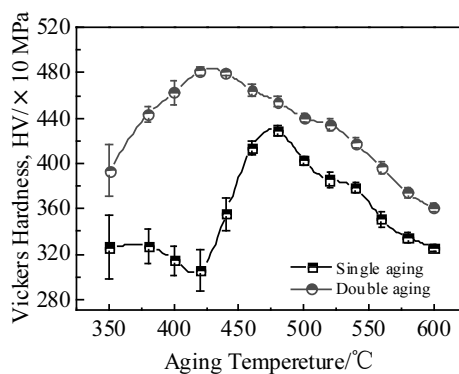
图 5 单时效和双时效后  $\alpha$  相特征参数的统计对比Fig.5 Characteristic parameters of  $\alpha$  phase after single aging and double aging: (a) area fraction, (b) number density, (c) width of  $\alpha$  phase inside  $\beta$  grain, and (d) width of  $\alpha_{GB}$  phase along  $\beta$  grain boundary

图 6 维氏硬度随时效温度变化曲线

Fig.6 Vickers hardness as a function of aging temperature

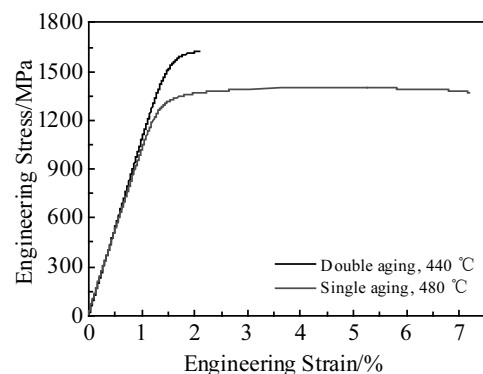


图 7 时效试样拉伸应力-应变曲线

Fig.7 Engineering stress-strain curves of the aged Ti6554 samples

合金中报道的超强度 (约 1690 MPa) [14], 很好地展现出通过  $\alpha$  相析出调控提升合金强度的巨大潜力。另外, 需要说明的是, 合金在获得高强度的同时, 伴随着塑性的下降, 这里双时效试样也不例外, 延伸率仅约 2%。因此, 如何保持合金超高强度的同时又不损失塑性, 打破强度-塑性传统的“倒置关系”是接下来的研究重点。

## 2.5 断口形貌

图 8a 和 8b 是合金试样经过 2 种时效制度处理后的

拉伸断口 SEM 形貌。可以看出, 双时效后断口呈现典型的沿晶断裂特征, 绝大多数断面相对平坦, 其尺寸与  $\beta$  晶粒大小相当 (图 2a)。仔细观察还可以看到断面上分布着许多微小韧窝。这表明试样尽管没有发生大量宏观塑性变形, 但是还是以微观延性方式断裂, 即晶界延性断裂 (grain boundary ductile fracture) [18]。这种断裂方式在一些时效硬化型合金, 如 Al-Li [18]、

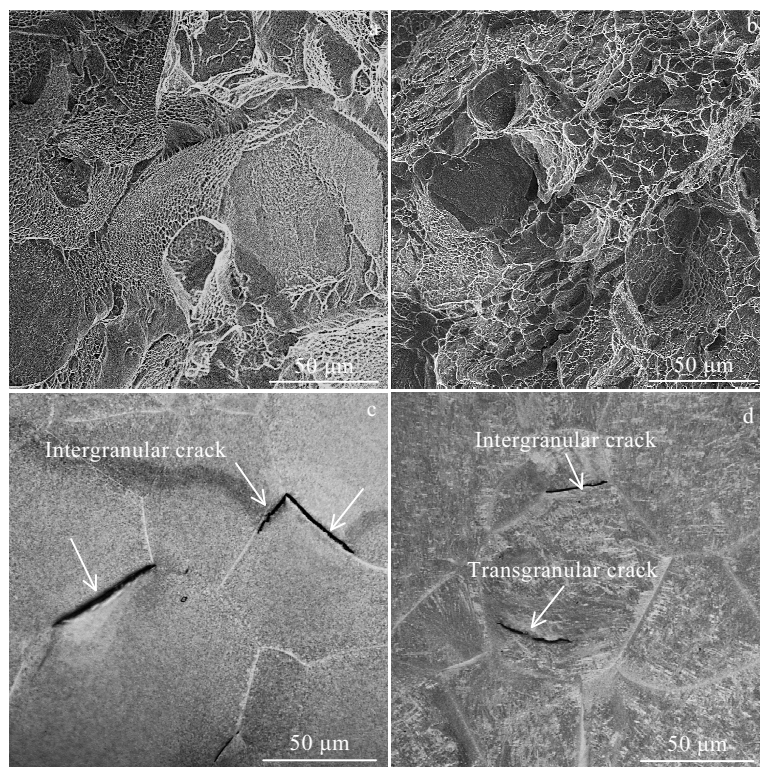


图8 Ti6554 合金试样拉伸后的断口 SEM 形貌及断口次表层的 OM 形貌

Fig.8 SEM images of fracture surfaces (a, b) and OM morphologies of fracture subsurface (c, d) of Ti6554 samples subjected to double aging (a, c) and single aging (b, d)

Ti-10V-2Fe-3Al<sup>[12]</sup>等中有过报道。图 8b 显示的是单时效后试样的断口形貌。可以看出,断口由穿晶断裂和沿晶断裂的混合断口组成,并且分布着较大较深的韧窝。这不难理解单时效相对于双时效较好的塑性。

为了进一步定量认识单、双时效试样的断裂行为,将拉伸断口进行了研磨抛光腐蚀,观察断口亚表层的组织形貌,如图 8c 和 8d 所示。大量断口统计显示,对于双时效,沿晶断口数量占 88.89%,穿晶断口占 11.11%,断口绝大多数位于  $\beta$  晶界。而对于单时效, $\beta$  晶界开裂和晶内开裂数量分别为 41.49%和 58.51%, $\beta$  晶界和晶内开裂概率几乎相等。这表明,单时效试样的确应该具有较好的塑性。

### 3 讨论

#### 3.1 时效处理对微观组织的影响

Ti6554 合金经过预时效后,在  $\beta$  晶内获得了细小、弥散的  $\alpha$  相团簇,但在靠近  $\beta$  晶界附近出现了无析出区 (PFZ) (图 3b)。关于 PFZ 的形成机理目前存在 2 种解释:第 1 种观点认为, $\beta$  晶界较高的界面能使得  $\alpha$  相在此优先形核长大。在这一过程中,合金元素发生再分配, $\alpha$  稳定元素被消耗, $\beta$  稳定元素出现富集,致

使  $\beta$  晶界附近区域  $\beta$  稳定元素浓度升高, $\alpha$  相析出受到抑制<sup>[19]</sup>。但是,在目前 Ti6554 预时效组织中,并没有观察到晶界  $\alpha$  相。同时,对  $\beta$  晶界 PFZ 区进行化学元素分析显示 (图 9),不论是在 PFZ 区还是  $\alpha$  相团簇区域,V、Al、Mo、Cr、O 元素都分布均匀,没有出现偏析情况。因此,元素分配因素被排除。第 2 种观点考虑淬火空位的作用<sup>[16]</sup>。合金淬火形成的空位在时效过程中会向  $\beta$  晶界处扩散,使得邻近晶界周围的组织空位浓度减小,不利于元素扩散, $\alpha$  相析出困难。Narayanan 等<sup>[16]</sup>更是在 Ti-13V-11Cr-3Al 合金中设计实验对 PFZ 空位形成机制进行了详尽的证实。因此,淬火空位可能在 PFZ 的形成中扮演了关键角色。

合金经双时效后,在  $\beta$  晶内析出均匀细小的  $\alpha$  相,这归因于预时效形成  $\alpha$  团簇的前驱体作用。这些团簇在后续高温时效过程中长大。同时,在  $\beta$  晶界的 PFZ 区,由于没有前驱体存在, $\alpha$  相直接从  $\beta$  晶内形核,形核率低, $\alpha$  相粗大。因此,双时效后在  $\beta$  晶界和晶内  $\alpha$  相尺寸和形状出现了明显的分区特征 (图 4a)。对于单时效,与双时效试样  $\beta$  晶界附近  $\alpha$  片形成类似, $\alpha$  相通过  $\beta \rightarrow \alpha$  相变形核,并以台阶机制长大成为粗大  $\alpha$  片 (图 4b)。

随时效温度升高,对于单时效, $\beta$  相的过冷度降低,



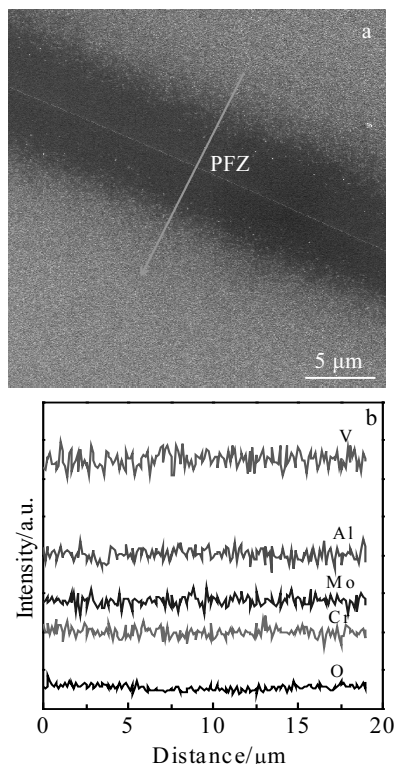


图 9 预时效态 Ti6554 合金  $\beta$  晶界附近 PFZ 形貌及其相应的 EDS 线扫描

Fig.9 PFZ morphology adjacent to  $\beta$  grain boundary in the pre-aged Ti6554 sample (a) and corresponding EDS element distributions along the arrow in Fig.9a (b)

$\alpha$  相形核驱动力减小, 形核困难, 形核率降低, 因此,  $\alpha$  相的数量密度下降 (图 5b)。同时, 形核率的降低和温度升高使得元素扩散加剧导致  $\alpha$  相粗化 (图 5c)。对于双时效, 当增加时效温度时,  $\alpha$  相亦出现数量密度减小 (图 5b) 和层片粗化 (图 5c) 的现象, 这归结为  $\alpha$  相形核长大过程中的 Thompson-Gibbs 效应<sup>[20]</sup>, 较小  $\alpha$  相粒子界面处的溶质浓度相对于较大  $\alpha$  相粒子界面处浓度高, 这种溶质浓度差使得较小粒子向较大粒子进行长程元素扩散, 发生粒子“大吃小”现象。因而,  $\alpha$  相数量减小和片层厚度增加。

### 3.2 时效处理对力学性能的影响

单时效试样在 350~420 °C 温度范围内硬度降低, 这归结为在该温度区间内时效后, 组织中分布着大量无析出区 PFZ (图 4b), 没有足够的相界面阻止位错运动。Schmidt 等测试了 Ti38644 合金中  $\alpha$  析出区和 PFZ 区的显微硬度值, 分别为 4200 和 2900 MPa, 可见 PFZ 区显著弱化组织硬度<sup>[21]</sup>。合金随后在 420~480 °C 温度范围内硬度增加则与  $\alpha$  相析出数量逐渐增多、PFZ 区域逐渐消失有关 (图 4d)。而在 480~600 °C 范

围内, 合金硬度再次下降可归结为如下两方面原因: 其一, 随时效温度提高,  $\alpha$  相粗化, 数量密度和体积含量降低 (图 5)。其二, 由于  $\alpha$  相数量密度降低, 被其分割的  $\beta$  基体单元尺寸变大, 使得位错运动平均自由程增大。对于双时效试样, 低温时效时, 硬度增加主要是因为析出  $\alpha$  相含量增加。 $\alpha$  相的析出涉及元素扩散, 温度增加使得扩散加剧、 $\alpha$  迅速析出生长。而当时效温度超过 440 °C 后,  $\alpha$  相明显粗化, 体积分数、数量密度降低, 发生“过时效” (图 5)。因此, 硬度随时效温度增加逐渐降低 (图 6)。

对于拉伸性能, 双时效后  $\beta$  晶内析出了大量亚微米、纳米量级  $\alpha$  第二相粒子 (图 4c), 这些粒子强烈阻碍位错运动, 产生显著的析出强化效果。因此, 不难理解双时效试样显示的超高强度 (图 7)。同时, 双时效试样的另一个典型组织特征是  $\beta$  晶界和晶内  $\alpha$  粒子分区明显。 $\beta$  晶界附近析出的  $\alpha$  呈粗大片状, 且在晶界上析出连续的晶界  $\alpha$  薄膜, 这些组织相对于  $\beta$  晶内细小的  $\alpha$  颗粒强度低, 属于“软”组织。这种  $\beta$  晶界-晶内强度差使得合金在加载过程中优先在这些“软”组织区域开始形变。结果, 较小的区域 ( $\beta$  晶界特征厚度为 3  $\mu\text{m}$  左右, 图 4a) 承载着大量塑性变形, 导致裂纹过早萌生, 发生沿晶断裂失效, 在宏观上表现为较低的延伸率 (约 2%) (图 7)。双时效试样拉伸断口上较多的平坦小刻面和沿晶裂纹也很好证明了低塑性 (图 8)。值得指出的是, 作者先前对 Ti1023 合金的研究发现, 双时效提高合金塑性, 与本研究 Ti6554 合金的结论相反。这主要是因为, 对于 Ti1023 合金, 低温时效产生的  $\alpha''$  马氏体在  $\beta$  基体上均匀分布, 没有出现  $\beta$  晶内/晶界的分区形貌, 这种形貌特征在高温时效阶段使得晶界  $\alpha$  薄膜不易产生 (组织遗传性)<sup>[13]</sup>。因此, 变形时应变分布均匀, 不像 Ti6554 合金在  $\beta$  晶界附近出现应变集中, 从而使得 Ti1023 合金具有较好的塑性<sup>[13]</sup>。

## 4 结 论

1) Ti6554 合金经过固溶淬火后得到等轴  $\beta$  晶粒。低温预时效后, 在  $\beta$  晶内获得均匀细小的  $\alpha$  相团簇组织, 而在  $\beta$  晶界附近出现无析出区 (PFZ)。

2) 单时效后,  $\alpha$  相呈片状, 尺寸相对较大。双时效后, 在  $\beta$  晶内得到细小、均匀的  $\alpha$  相, 而在晶界附近析出片状  $\alpha$  相, 尺寸粗大,  $\beta$  晶界/晶内呈现  $\alpha$  相分区形貌。随着时效温度升高, 无论是单时效还是双时效, 组织中  $\alpha$  相数量密度减小, 发生明显粗化。此外, 两种时效方式均无法避免晶界  $\alpha$  相的形成。

3) 随着时效温度增加, 单时效试样硬度先降低后升高然后再次降低, 而双时效试样硬度先升高后降低。

同时, 双时效试样抗拉强度高达约 1630 MPa, 这种高强度归结为组织中亚微米、纳米量级  $\alpha$  粒子强烈的析出强化作用。但合金延伸率较小, 仅为约 2%, 这主要是因为  $\beta$  晶界附近粗大  $\alpha$  片状诱发的形变局域化进而导致早期沿晶断裂失效。

#### 参考文献 References

- [1] Banerjee D, Williams J C. *Acta Materialia*[J], 2013, 61: 844
- [2] Shi R, Dixit V, Fraser H L *et al.* *Acta Materialia*[J], 2014, 75: 156
- [3] Shi R, Dixit V, Viswanathan G B *et al.* *Acta Materialia*[J], 2016, 102: 197
- [4] Appolaire B, Hericher L, Gautier E A. *Acta Materialia*[J], 2005, 53: 3001
- [5] Sun Z C, Guo S S, Yang H. *Acta Materialia*[J], 2013, 61: 2057
- [6] Azimzadeh S, Rack H J. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 1998, 29(10): 2455
- [7] Prima F, Vermaut P, Texier G *et al.* *Scripta Materialia*[J], 2006, 54: 645
- [8] Nag S, Banerjee R, Srinivasan R *et al.* *Acta Materialia*[J], 2009, 57: 2136
- [9] Li T, Kent D, Sha G *et al.* *Acta Materialia*[J], 2016, 106: 353
- [10] Williams J C, Hickman B S, Leslie D H. *Metallurgical Transactions*[J], 1971, 2(2): 477
- [11] Zhu Y M, Zhua S M, Dargusch M S *et al.* *Scripta Materialia* [J], 2016, 112: 46
- [12] Chen W, Song Z Y, Xiao L *et al.* *Journal of Materials Research*[J], 2009, 24(9): 2899
- [13] Chen Wei(陈威), Sun Qiaoyan(孙巧艳), Xiao Lin(肖林) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2011, 40(4): 708
- [14] Devaraj A, Joshi V V, Srivastava A *et al.* *Nature Communications*[J], 2016, 7: 11 176
- [15] Mantri S A, Choudhuri D C, Alam T *et al.* *Scripta Materialia* [J], 2018, 154: 139
- [16] Narayanan G H, Archbold T F. *Metallurgical Transactions*[J], 1970, 1: 2281
- [17] Ferrandini P L, Cardoso F F, Souza S A *et al.* *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2007, 433: 207
- [18] Vasudevan A K, Doherty R D. *Acta Metallurgical*[J], 1987, 35: 1193
- [19] Song Z Y, Sun Q Y, Xiao L *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2010, 527: 691
- [20] Porter D, Easterling K. *Phase Transformations in Metals and Alloys*[M]. London: Chapman and Hall, 1992: 296
- [21] Schmidt P, EL-Chaikh A, Christ H J. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2011, 42(9): 265

## Precipitation Behavior of $\alpha$ -Phase and Its Influence on Mechanical Properties in Ti-6Cr-5Mo-5V-4Al Alloy

Zha You, Chen Wei, Zhao Gaofeng, Wang Yue, Sun Qiaoyan, Xiao Lin, Sun Jun

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

**Abstract:** Precipitation behavior of  $\alpha$ -phase and its influence on mechanical properties have been investigated in Ti-6Cr-5Mo-5V-4Al metastable  $\beta$ -Ti alloy by comparing the double aging and the single aging. The microstructural characterization shows that the quenched sample consists of equiaxed  $\beta$ -grains. After the following low-temperature pre-aging, dense clusters composed of numerous  $\alpha$  nano-laths evenly distribute inside  $\beta$ -grain interiors, while there are precipitate free zones (PFZ) around  $\beta$  grain boundaries. This precipitation feature between  $\beta$ -grain interiors and their grain boundaries is inherited into the later high-temperature aged samples. It can be seen that after the double aging, the fine equiaxed  $\alpha$  precipitates homogeneously distribute in  $\beta$ -grain interiors but the  $\alpha$ -phase exhibits a coarse plate shape adjacent to  $\beta$ -grain boundaries. On the contrary, the  $\alpha$ -plates distribute much more evenly in the single-aged microstructure although the plates have larger dimensions. Tensile testing shows that the ultimate tensile strength of the double aging sample can be tuned up to ~1630 MPa but accompanied by the degradation of ductility (~2%). The ultra-strength originates from the significant precipitation-strengthening effect as a result of the precipitation of  $\alpha$ -particles at the submicron- and nano-scales, and the loss of ductility can be attributed to the premature intergranular fracture caused by deformation localization along  $\beta$ -grain boundaries.

**Key words:** titanium alloys; heat treatment; microstructures; mechanical properties

Corresponding author: Zha You, Master, State Key Laboratory for Mechanical Behavior of Materials, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, P. R. China, Tel: 0086-29-82668614, E-mail: 690087158@qq.com