

BT25 钛合金连续冷却转变曲线研究

蔡 钢, 雷 旻, 万明攀, 孙 捷, 刘 昕

(1. 贵州大学, 贵州 贵阳 550025)

(2. 贵州省材料结构与强度重点实验室, 贵州 贵阳 550025)

摘 要: 采用膨胀法测得 BT25 钛合金在不同冷却速度下的线膨胀曲线, 同时用分段冷却方法证明了此膨胀曲线能够准确反映 BT25 钛合金在不同冷却速度时的相变过程, 并结合物相分析 (XRD)、扫描电镜 (SEM) 和显微硬度分析, 获得了合金的连续冷却转变 (CCT) 曲线, 研究了冷却速度对 BT25 钛合金相变组织演变规律的影响。结果表明: 当冷速小于 C_1 ($1\sim 3\text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$) 时, 相变组织为魏氏组织; 冷速大于 C_2 ($50\sim 100\text{ }^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$) 时, 组织为 α' 马氏体; 冷速在 $C_1\sim C_2$ 时, 组织为魏氏组织和 α' 的混合物。并且随着冷却速度的增加, 魏氏组织含量减少, 而 α' 含量增加。合金硬度随冷却速率的增加而增加。

关键词: BT25 钛合金; 连续冷却; CCT 曲线

中图分类号: TG146.2³

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2016)10-2578-05

大多数金属材料热加工后都是连续冷却。在这一冷却过程中会产生多种相变, 最终组织也变得复杂。而金属材料的内部组织结构决定了它的力学性能。连续冷却转变 (CCT) 曲线能够系统反映冷却速度对相变开始点、结束点、相变程度和转变组织的影响规律。它是合理制定热处理工艺、获得预期性能的重要依据。因此研究钛合金的 CCT 曲线对组织控制具有十分重要的意义。

国外学者曾给出了几种钛合金的 CCT 曲线^[1,2], 但是相变点不够完善、精确。文献[3]也证明了文献[2]的 CCT 曲线与实际情况不相符。国内对钛合金相变组织与冷却速度的关系研究较多^[4-6], 但是都没有给出更直观实用的 CCT 曲线。

本实验采用分段冷却方法证明膨胀曲线能够准确反映 BT25 合金在不同冷却速度时的相变过程, 从而获得较为准确的 CCT 曲线。同时系统分析不同冷却速度时合金的相变及组织演变规律, 为制定热加工工艺提供理论依据。

1 实 验

实验材料为 $\Phi 25\text{ cm}$ 的 BT25 钛合金退火热轧棒材, 其显微组织为等轴初生 α 和 β 转变组织。从棒材中心区域切取尺寸为 $\Phi 4\text{ mm}\times 10\text{ mm}$ 的试样, 在 Bähr DIL805A/D 高精度差分膨胀仪上进行实验。加热和保温过程的真空度为 $5.0\times 10^{-2}\text{ Pa}$, 冷却介质选用高纯 Ar

气 (99.999%)。将试样以 $5\text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$ 的速度加热到 $1050\text{ }^\circ\text{C}$ (β 转变温度为 $1029\text{ }^\circ\text{C}$), 保温 6 min , 再分别以 $0.1, 1, 3, 10, 20, 30, 50, 100, 150\text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$ 的速度冷却至室温, 得到冷却膨胀曲线。利用 Bähr DIL805A/D 自带的软件进行 CCT 曲线的绘制。采用分段冷却方法, 验证钛合金冷却膨胀曲线的可靠性。根据冷速为 $0.1\text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$ 的膨胀曲线选取 4 个分段冷却温度: $980, 970, 905, 895\text{ }^\circ\text{C}$ 。将试样以 $5\text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$ 的速度加热到 $1050\text{ }^\circ\text{C}$, 保温 6 min , 以 $0.1\text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$ 的速度将其分别冷却至上述 4 个温度, 再以 $150\text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$ 的速度快速冷至室温。

将实验试样制成金相试样, 用 $V(\text{HF}): V(\text{HNO}_3): V(\text{H}_2\text{O})=1:2:5$ 配比溶液进行腐蚀, 在 Leica DMI5000M 金相显微镜和 SUPRA40 场发射扫描电子显微镜上观察显微组织。采用 X'Pert PRO MPD 型 X 射线衍射仪和维氏显微硬度计对试样进行物相和硬度分析。

2 结果与讨论

2.1 连续冷却时的膨胀曲线

钛合金从 β 相区连续冷却至室温会发生相变, 由于各相的点阵结构不同必然会引起试样体积的变化。图 1 为 BT25 合金从 β 相区以不同冷速冷却时应变 $(\Delta L/L)$ 与温度的关系曲线。由图可知, 冷却膨胀曲线发生了明显偏移, 并且随着冷速的增加, 偏移幅度也明显增加, 同时发生第 1 次偏移的温度有下降的趋势。

收稿日期: 2015-10-12

基金项目: 贵阳市工业攻关项目 (筑科合同[2012101]2-8 号); 贵州省工业攻关项目 (黔科合 GY(2012)3002)

作者简介: 蔡 钢, 男, 1985 年生, 硕士生, 贵州大学材料与冶金学院, 贵州 贵阳 550025, E-mail: caigangyi001@163.com

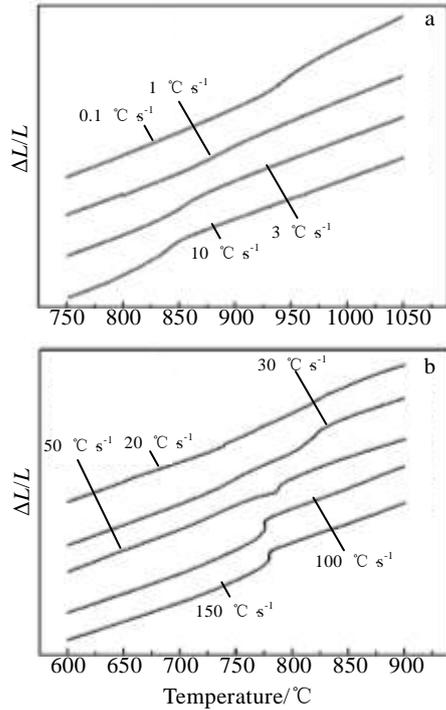


图 1 不同冷速下应变量与温度的关系曲线

Fig.1 Measured relative length changes of test samples at different cooling rates

图2是对膨胀曲线求导来确定不同冷速下BT25合金的相变特征点。0.1 °C s⁻¹冷速时以膨胀曲线一阶导数发生明显变化时所对应的温度作为相变的开始点(A)和结束点(B),对应温度分别为978和901 °C(图2a)。30 °C s⁻¹冷速时,膨胀曲线的一阶导数出现了2个明显的峰值(图2b),说明有2种不同的相变产生。因此将图2b中导数曲线拐点所对应的A、B、C温度点作为此冷速时的相变特征点。

2.2 分段冷却验证钛合金冷却膨胀曲线的可靠性

图3是以 0.1 °C s⁻¹的冷速将BT25合金从β相区分别冷却到980, 970, 905, 895 °C,再以150 °C s⁻¹的速度快速冷却得到的金相组织。由图3a可知,分段冷却温度为980 °C的显微组织全部为马氏体,原始β晶界清晰可见;而分段冷却温度为970 °C时,在原始β晶界上已经有α相析出(图3b),这说明β→α相变已经发生;分段冷却温度为905 °C时,显微组织以魏氏组织为主,但还存在少量马氏体(图3C中白亮区域)。这是因为缓慢冷却时从原始β晶界向晶内生长的魏氏体组织还未填满整个晶粒就进入了快速冷却阶段,最终晶粒内残留的β相在快速冷却时转变为马氏体;而895 °C时,显微组织全部为魏氏组织(图3d),说明β→α相变完全。因此可确定在0.1 °C s⁻¹的冷速下,

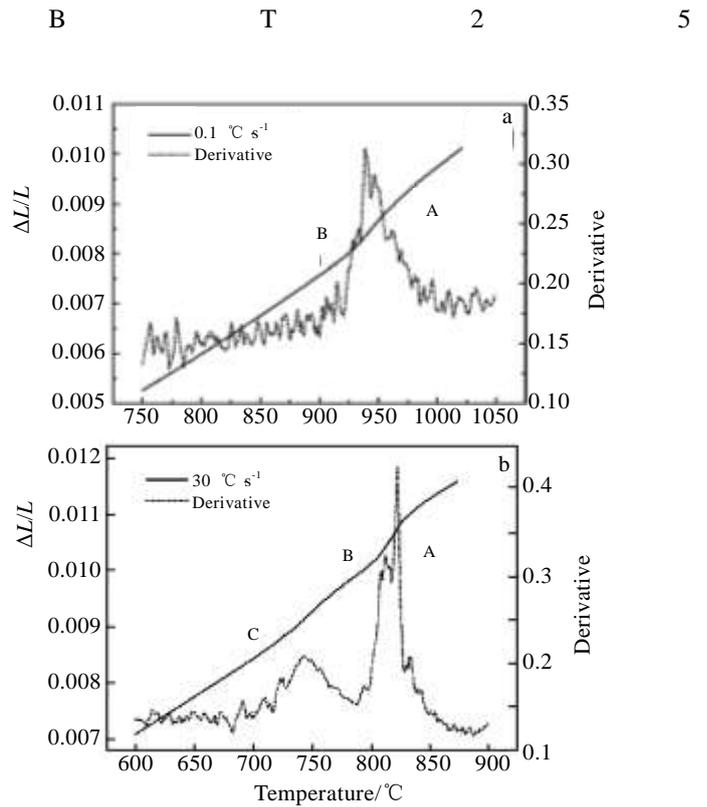


图 2 试样在不同冷速下膨胀曲线及其导数

Fig.2 Expanding curves and its derivatives of test samples at different cooling rates: (a) 0.1 °C s⁻¹ and (b) 30 °C s⁻¹

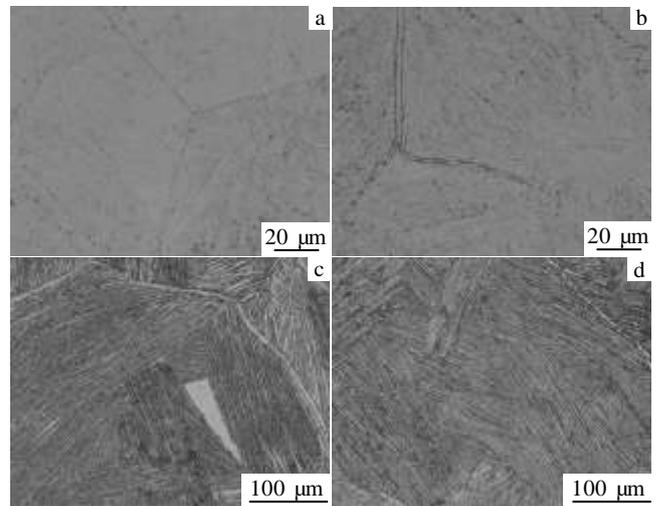


图 3 冷却速度为0.1 °C s⁻¹ 时不同温度下淬火的金相组织

Fig.3 OM microstructures of BT25 alloys quenched at different temperatures with the cooling rate of 0.1 °C s⁻¹: (a) 980 °C, (b) 970 °C, (c) 905 °C, and (d) 895 °C

钛合金β→α相变开始、结束温度分别为975和900 °C。而根据膨胀曲线确定的相变温度分别为978和901 °C(图2a)。由此可知采用膨胀法得到的BT25钛合

金相变开始、结束温度与分段冷却金相法得到的相变温度非常接近。说明膨胀曲线能够准确反映BT25钛合金在不同冷速时的相变过程。

2.3 冷却速度对 BT25 合金显微组织和物相的影响

图4为BT25合金在不同冷却速度下获得的显微组织。合金从 β 相区以 $1\text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$ 的速度冷却时，合金元素有充足的时间扩散，先在原始 β 晶界析出 α 相，然后以片状 α 的形式向晶内生长直至多个 α 集束在晶内相遇，完成整个转变^[7,8]。最终转变组织如图4a所示，为片层状 α 集束（灰色）和薄片状的残留 β 相（白亮）组成的魏氏组织^[3,9]。冷速为 $3\text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$ 时，在 β 晶界区域仍然形成片层 α 组织(图4b)，而离晶界较远的区域开始发生非扩散方式的 $\beta\rightarrow\alpha''$ 相变， β 相通过晶格切变形成片层形态的斜方马氏体 α'' (图4c)， α'' 的亚结构主要为孪晶和层错^[10]。冷速为 $10\text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$ 时，如图4d左下方所示，部分晶界区域开始出现马氏体 α'' 。冷速为 $30\text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$ 的速度冷却时，晶界区域只有少量平行片状 α 集束(图4e)。冷速为 $50\text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$ 时，如图4f所示，整个晶粒中只有极少的片状 α 集束。图4g是其局部放大图，左边为平行片状 α 集束，右边为片层形态 α'' 。文献[3]中Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo合金在较快冷速下也出现了这

种以马氏体为主分布着少量片状 α 集束的组织。当冷却速度增大到 $100\text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$ 时，合金为完全马氏体组织（图4h、4i）。整体而言，随着冷速的增加，魏氏组织含量减少，其片层厚度和 α 集束尺寸明显减小，同时 α'' 的含量快速增加，其尺寸也变得更细小。显微组织也表明冷却速度对BT25钛合金室温晶粒尺寸没有明显的影响。这与文献[11]的研究结论一致。

图5是BT25合金从 β 相区以不同冷速冷却到室温后的XRD图谱。由图可知，冷却速度为 $3\text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$ 时，室温组织以密排六方结构的 α 相和斜方马氏体 α'' 为主，只有少量的体心立方结构的 β 相。因为组织中只在 α 片层之间残留着少量的 β 相（图4b），所以XRD图谱中没有较强的 β 衍射峰。随着冷速增加到 $30\text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$ 时，合金中 α 衍射峰强度迅速减弱，其中两个较强峰消失。其组织以 α'' 为主，存有少量 α 、 β 相。当冷速为 $50\text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$ 时， α'' 衍射峰强度明显高于前2个试样，而 α 、 β 衍射峰较小。其组织以 α'' 为主，只有极少量 α 、 β 相。这表明随着冷速的增加， α 、 β 相含量迅速减少，同时 α'' 相含量明显增加。这与不同冷却速度下试样的SEM照片形成了较好的对应关系。

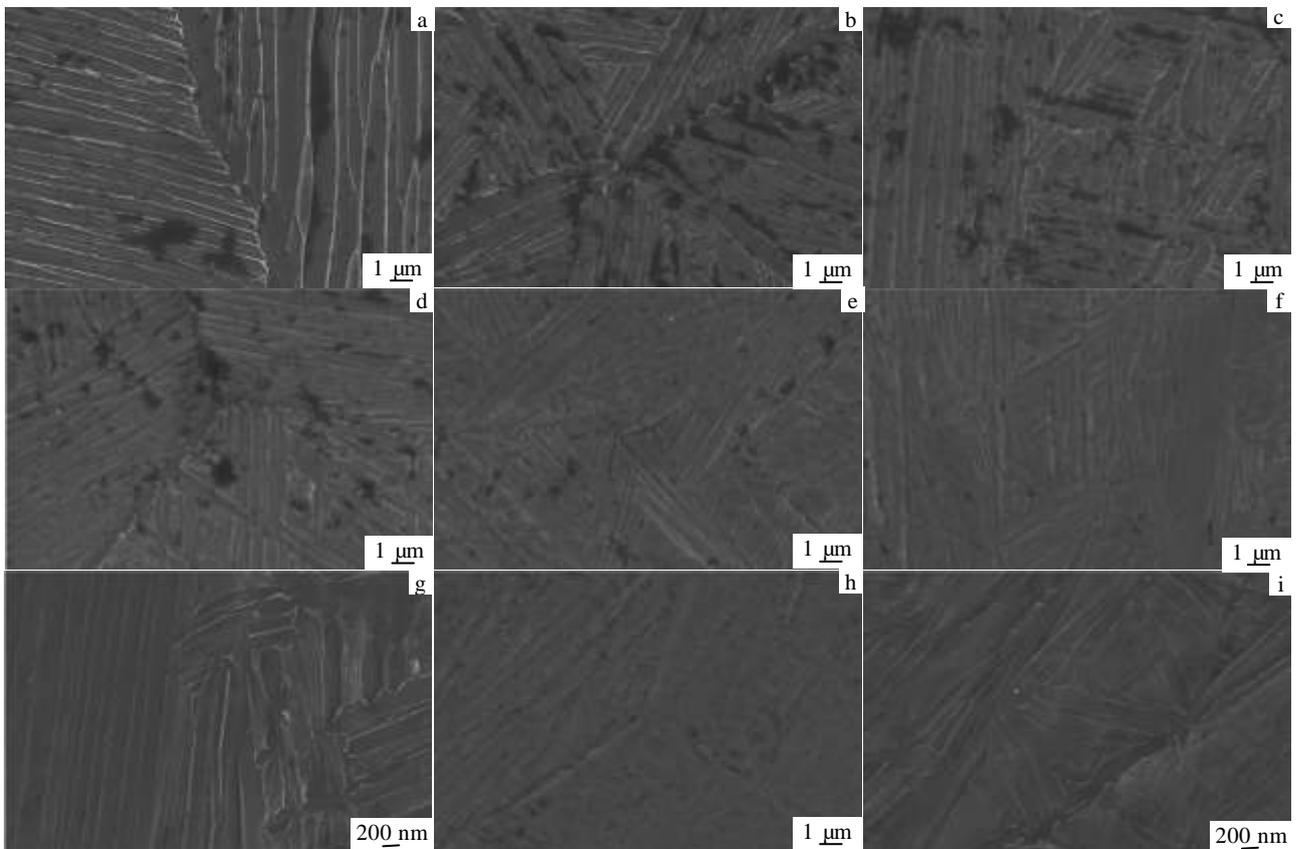


图 4 不同冷却速度下 BT25 合金的 SEM 图片

Fig.4 SEM microstructures of BT25 alloys at different cooling rates : (a) $1\text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$, (b, c) $3\text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$, (d) $10\text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$, (e) $30\text{ }^\circ\text{C s}^{-1}$, (f, g)

50 °C s⁻¹, and (h, i) 100 °C s⁻¹

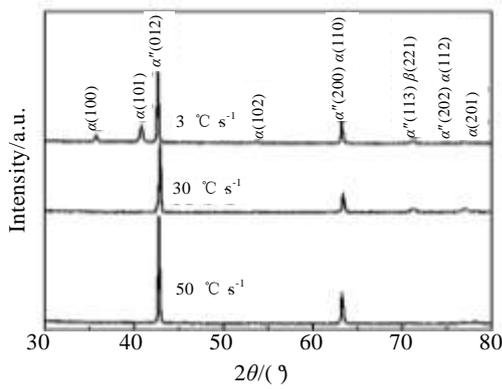


图 5 不同冷却速度下试样的XRD图谱

Fig.5 XRD patterns of test samples at different cooling rates

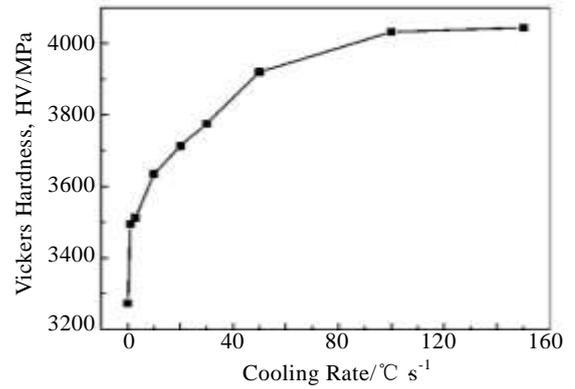


图 6 冷却速度对BT25合金显微硬度影响曲线

Fig.6 Effect of cooling rates on the micro-hardness of BT25 alloy

2.4 冷却速度对 BT25 合金显微硬度的影响

对各冷速下的试样各取5个不同部位测定显微硬度, 取其平均值, 得到冷却速度对BT25合金显微硬度影响曲线(图6)。从图中可以看出, 随着冷却速度的增大, 硬度呈增大的趋势。冷速小于10 °C s⁻¹时, 显微硬度增幅较大。这主要是因为冷速的增大, 魏氏组织中 α 片层厚度和集束尺寸明显减小, 相界数量迅速增加而引起硬度的较大变化; 冷速大于50 °C s⁻¹时, 硬度增加较小。钛合金的马氏体是过饱和的置换固溶体, 晶格畸变较小, 对合金的强化作用并不显著。而其中 α'' 斜方马氏体与 α' 密排六方马氏体相比具有较低的屈服强度和高的塑性^[12], 所以 α'' 相的增加不能显著提高钛合金的强度和硬度。

2.5 BT25 钛合金的 CCT 曲线

根据BT25钛合金在不同冷速下的膨胀曲线, 用导数法找出各冷速下合金的相变特征点, 再结合合金相

组织、物相分析、显微硬度绘出BT25钛合金的CCT曲线(图7)。**SEM**照片和**XRD**图谱证明了冷却速度为3~50 °C s⁻¹时有 α 、 α'' 2种物相产生。冷速为20、30、50 °C s⁻¹时膨胀曲线的一阶导数出现了2个明显的峰值, 表明有2种不同相变发生。 $\beta \rightarrow \alpha$ 相变所需过冷度很小, 是扩散性的相变, 而温度是影响扩散系数最主要因素, 所以当温度低于某一温度时不再发生 $\beta \rightarrow \alpha$ 相变。而 $\beta \rightarrow \alpha''$ 是通过晶格切变产生的非扩散性相变, 必须以大于临界速度的冷速过冷到一定温度以下才能发生。因此将上述膨胀曲线一阶导数两个峰值之间的拐点所对应的温度(图2b中B点)作为对应冷速的 $\beta \rightarrow \alpha$ 相变结束温度和 $\beta \rightarrow \alpha''$ 相变开始温度。将20, 30, 50 °C s⁻¹冷速曲线上的 $\beta \rightarrow \alpha$ 、 $\beta \rightarrow \alpha''$ 相变分界点连成曲线, 并将曲线两端分别延长至C₁、C₂冷速曲线(用虚线表示), 将其作为2种相变的分界线(图7)。从图7

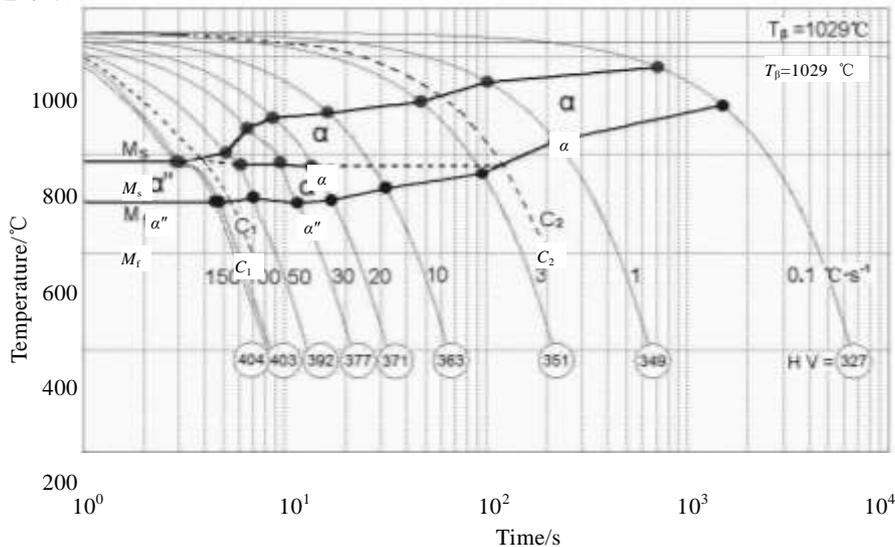


图 7 BT25钛合金的CCT 曲线

Fig.7 CCT curves of BT25 titanium alloy

中可以看出, BT25钛合金的马氏体开始转变线大体上是一条水平线。文献[13]中也指出Ti-Nb(12%~17.5%)合金在1~1000 °C s⁻¹的冷却速度下, 马氏体转变开始温度曲线基本上是一条水平线。

由图7可知, 当冷速小于C₁(1~3 °C s⁻¹)时, 只发生β→α相变; 冷速大于C₂(50~100 °C s⁻¹)时, 只有β→α"相变发生; 冷速在C₁~C₂时, 在马氏体转变开始温度曲线之上的温度区域发生β→α相变, 而在此温度曲线之下发生β→α"相变。

3 结 论

1) 膨胀曲线能够准确反映BT25钛合金在不同冷却速度时的相变过程, 合金CCT曲线准确性较高。

2) BT25钛合金加热至β相区, 然后冷却。当冷速小于C₁(1~3 °C s⁻¹)时, 只发生β→α相变, 室温组织为魏氏组织; 冷速大于C₂(50~100 °C s⁻¹)时, 只有β→α"相变发生, 相变组织为α"; 冷速在C₁~C₂时, 在马氏体转变开始温度曲线之上的温度区域发生β→α相变, 而在此温度曲线之下发生β→α"相变, 最终组织为魏氏组织和α"的混合物。随着冷速的增加, 魏氏组织含量减少, 其片层厚度和α集束尺寸明显减小。同时α"的含量快速增加, 其尺寸也变得更为细小。

3) BT25钛合金显微硬度随冷却速率的增加而增加, 冷速小于10 °C s⁻¹时硬度增幅较大, 冷速大于50 °C s⁻¹时增幅较小。

参考文献 References

[1] Zhang X D, Bommiwell P, Fraser H L *et al. Mater Sci Eng*

- A[J], 2003, 343(1): 210
- [2] Mitchell D R, Tucker R J. *Weld J* [J], 1969, 48: 23s
- [3] Baeslack W A, Mullins F D. *Metal Trans A* [J], 1984, 15(10): 1948
- [4] Li Shikai(李士凯), Hui Songxiao(惠松骁), Ye Wenjin(叶文君) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2007, 36(5): 786
- [5] Han Mingchen(韩明臣), Ni Peitong(倪沛彤), Shu Ying(舒滢) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工)[J], 2008, 37(S): 655
- [6] Wang Yihong(王义红), Kou Hongchao(寇宏超), Zhu Zhishou(朱知寿) *et al. Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2010, 30(1): 6
- [7] Bochvar G A. *Met Sci Heat Treat*[J], 1991, 33(12): 893
- [8] Savko Malinov, Wei Sha. *JOM*[J], 2005, 57: 42
- [9] Madhusmita Behera, Mythili R, Raju S *et al. J Alloy Compd* [J], 2013, 553: 59
- [10] Davis R, Flower H W, West D R F. *J Mater Sci*[J], 1979, 14(3): 712
- [11] Wang Jinlin(王锦林), Gan Zhanghua(甘章华), Chen Yiming(陈义明) *et al. Transactions of the China Welding Institution*(焊接学报)[J], 2011, 32(8): 93
- [12] Niinomi M, Kobayashi T, Inagaki I *et al. Metall Trans A* [J], 1990, 21(6): 1733
- [13] Jepson K S, Brown A R G, Gray J A. *The Science, Technology and Application of Titanium*[C]. Oxford, UK: Pergamon Press, 1970: 677

Continuous Cooling Transformation Diagram of BT25 Titanium Alloy

Cai Gang, Lei Min, Wan Mingpan, Sun Jie, Liu Xin

(1. Guizhou University, Guiyang 550025, China)

(2. Guizhou Key Laboratory for Mechanical Behavior and Microstructure of Materials, Guiyang 550025, China)

Abstract: The expanding curves of BT25 titanium alloy under different cooling rates was investigated using a dilatometry method. It is proved that the expansion method is able to measure accurately phase transformation of BT25 titanium alloy at different cooling rates. The continuous cooling transformation (CCT) diagram of this alloy was achieved by X-ray diffractometer (XRD), scanning electron microscopy (SEM) and micro-hardness analyses. The effect of cooling rate on microstructure evolution was investigated. The results show that the Widmanstatten structure is obtained at the cooling rate less than C₁(1~3 °C s⁻¹); α" phase is generated at the cooling rate greater than C₂(50~100 °C s⁻¹). The microstructure consists of Widmanstatten structure and α" at the cooling rate from C₁ to C₂. As the cooling rate decreases, the quantity of Widmanstatten structure increases and the quantity of α" phase decreases. The micro-hardness of BT25 alloy declines with the cooling rate decreasing.

Key words: BT25 titanium alloy; continuous cooling; CCT curve

Corresponding author: Lei Min, Professor, College of Materials and Metallurgy, Guizhou University, Guiyang 550025, P. R. China, E-mail: amin_am_am@yahoo.com.cn

