

热处理对 WSTi3515S 合金组织和性能的影响

赖运金^{1,2}, 张平祥^{1,3}, 辛社伟³, 马凡蛟^{1,2}, 冯勇², 刘向宏², 寇宏超¹, 赵永庆³

(1. 西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072)

(2. 西部超导材料科技股份有限公司, 陕西 西安 710018)

(3. 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

摘要: 对 WSTi3515S 合金不同热处理和热暴露条件下的组织和力学性能进行了研究, 结果表明, 850 °C 以下热处理工艺对合金的组织和室温力学性能几乎没有影响, 950 °C 热处理后虽然合金组织形态发生明显变化, 但室温力学性能没有明显变化, 表明 WSTi3515S 合金具有良好的组织和性能稳定性。不同热处理试样经过 570 °C 热暴露后, 合金强度升高, 延伸率显著下降, 热暴露过程中, 析出的第二相很少, 并且大都产生在晶界, 这些晶界析出物是合金热暴露塑性显著降低的主要原因。

关键词: WSTi3515S; 热处理; 显微组织; 力学性能

中图分类号: TG146.2+3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2015)06-1469-05

WSTi3515S 合金是西部超导材料科技股份有限公司联合西北有色金属研究院、北京航空材料研究院、西北工业大学等单位在 Alloy C (Ti-35V-15Cr)^[1]、Alloy C⁺(Ti-35V-15Cr-0.6Si-0.05C)^[2,3]和 Ti40(Ti-25V-15Cr-0.2Si)^[4,5]合金的基础上, 通过调整 Si、C 元素的含量而研制成功的一种新型高合金化 Beta 型阻燃钛合金^[6]。阻燃钛合金要求在高温、承载等综合服务条件下具有较好的高温性能, 这也决定了其使用寿命和工件的安全可靠性。因此, 文献[7-10]对同类 Ti-V-Cr 系阻燃钛合金在较高温度热暴露条件下的组织和力学性能进行了系统研究, 并据此初步确定了合金的使用温度范围。基于此, 本实验系统研究 WSTi3515S 合金在不同热处理工艺下的组织演化、力学性能和热稳定性, 期望为 WSTi3515S 合金在实际使用过程中的热处理工艺选择和热暴露极限温度的判定提供参考。

1 实验

试验材料来自西部超导材料科技股份有限公司, 吨级 WSTi3515S (Ti-35V-15Cr-xSi-yC) 合金铸锭通过特殊的开坯锻造方法, 被制备成厚度为 55 mm 的板坯, 本实验所有的试样均取自该成品板坯。从板坯上线切割成 12 mm×12 mm×70 mm 的拉伸试样, 对试样进行不同的热处理和热暴露, 之后精加工成 $\Phi 5$ mm 的标准拉伸试样进行力学性能测试(热暴露力学性能为不带氧化

皮的力学性能)。拉伸试验在 Instron-1185 拉伸机上进行, 金相 (OM)、X 射线衍射 (XRD)、扫描电镜 (SEM) 和透射电镜 (TEM) 分析分别在 OLMPUS PMG 光学显微镜、D8 ADVANCE 型 X 射线衍射仪、JSM-6460 型扫描电镜和 JEM-200CX 型透射电镜下进行。

2 结果和分析

2.1 不同热处理工艺下的力学性能

表 1 为 WSTi3515S 合金在不同热处理条件下的室温性能和 570 °C/100 h 热暴露性能。可以看出, 采用退火工艺后, 合金的室温强塑性匹配良好。对不同温度退火试样进行 570 °C/100 h 热暴露后, 合金的强度升高, 延伸率显著下降。总体比较, 950 °C 以下的不同温度退火对合金的室温性能和热暴露性能影响不大, 表现在合金室温性能和热暴露性能没有显著差别。对合金进行固溶+时效的退火工艺后, 室温性能影响不大, 但热暴露后, 强化效果比退火处理的显著, 同时, 延伸率降低也更显著。比较 850 和 950 °C 不同固溶温度下的性能, 可以看出随固溶温度的升高, 热暴露后强化效果增加、延伸率降低加剧。

2.2 显微组织分析

2.2.1 OM 组织

图 1 显示合金不同热处理和热暴露条件下的典型

收稿日期: 2014-09-30

基金项目: 国家国际科技合作专项 (2013DFR50090); 陕西省自然科学基金项目 (2014JM6222)

作者简介: 赖运金, 男, 1979 年生, 博士生, 高级工程师, 西北工业大学材料学院, 陕西 西安 710072, 电话: 029-86514525, E-mail: laiking62@c-wst.com

组织形态。可以看出，当热处理温度低于 850 °C 时，合金组织为较大尺寸的 β 晶粒，周围镶嵌有再结晶小晶粒，典型组织如图 1a (650、750 °C 退火组织和图 1a 相似)。当热处理温度升高到 950 °C 时，晶界处的再结晶小晶粒明显长大，其向原始晶粒延伸，使得合金晶粒度更趋于均匀化，平均晶粒尺寸减小 (图 1b, c)。同时，在合金组织内部，可以明显观察到 3 种不同形态的析出物，这和文献[2]报道的相同，相分析结果显示，3 种不同形态析出物分别为球状的 Ti₂C、鸡爪状的(TiV)C 和点状的 Ti₅Si₃，此外，还存在少量的针状 α 相。根据文献[2]和本实验得到的组织可以看出，在 850 °C 以下合金的组织具有稳定性，不随退火温度的变化而变化，这和表 1 中的力学性能测试结果照应。组织结构决定力学性能，由于组织结构没有变化，所以不同退火温度下合金的室温性能、热暴露力学性能

几乎没有差别。当热处理温度升高到 950 °C，相对于 850 °C 以下的退火组织，合金组织形态发生明显变化，但室温力学性能几乎没有变化 (见表 1)，说明 WSTi3515S 合金晶界小晶粒的长大和晶粒的均匀化对合金力学性能影响不大。从文献[2]对相溶解温度的分析，950 °C 的温度不会对合金组织中的析出物产生影响，这也是合金性能几乎没有变化的一个重要原因。

对比热处理组织，可以看出不同热处理后热暴露组织没有变化 (图 1 d、1e、1f)，这主要是由于 WSTi3515S 合金属于稳定 β 合金，热暴露是一个过时效过程，在这个过程中主要发生析出物的沉淀过程。对于 WSTi3515S 合金的 β 相，热处理过程中的高温固溶温度低于合金中主要第二相 (球状的 Ti₂C、鸡爪状的(TiV)C 和点状的 Ti₅Si₃) 的溶解温度^[9]，所以在热处理固溶过程中的 β 相固溶度变化不大，同时由于 β 相

表 1 合金在不同热处理工艺下的室温性能和热暴露性能

Table 1 Mechanical properties at room-temperature and thermal exposure condition for the alloy after various heat treatments

Heat treatment	Heat treatment process	Room-temperature				Thermal exposure condition (570 °C/100 h)			
		R _m /MPa	R _{p0.2} /MPa	A /%	Z /%	R _m /MPa	R _{p0.2} /MPa	A /%	Z /%
Annealing	650 °C/2 h AC	1029	964	12.5	24.0	1045	982	4.0	6.0
	750 °C/2 h AC	1027	963	15.0	29.0	1050	973	3.5	6.0
	850 °C/2 h AC	1035	970	13.0	30.0	1051	971	4.0	7.0
	950 °C/2 h AC	1037	973	14.5	32.0	1057	980	3.5	5.5
Solution treating + aging	850 °C/2 h WQ+550 °C/5 h AC	1032	965	14.0	28.0	1070	995	3.0	5.0
	950 °C/2 h WQ+550 °C/5 h AC	1045	978	12.5	21.0	1088	1010	1.5	4.5

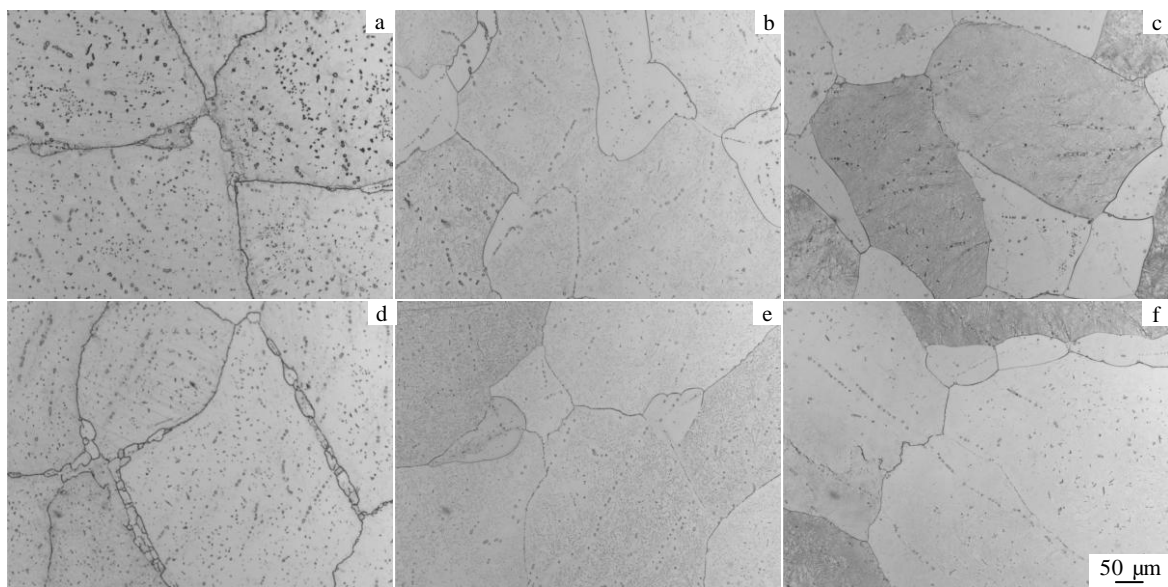


图 1 合金不同热处理和热暴露后组织

Fig.1 OM microstructures of the alloy after various heat treatments and thermal exposure: (a) 650 °C/2 h AC, (b) 950 °C/2 h AC, (c) 950 °C/2 h WQ+550 °C/5 h AC, (d) 650 °C/2 h AC+570 °C/100 h AC, (e)950 °C/2 h AC+570 °C/100 h AC, (f) 950 °C/2 h WQ+550 °C/5 h AC+570 °C/100 h AC

的高度稳定性，在热暴露过程中将发生极少量的析出物沉淀过程，这个沉淀过程无法通过光学显微镜观察，但是热暴露过程中的沉淀析出对合金力学性能产生强烈影响，一定程度强化合金的同时，强烈降低合金的塑性（见表 1）。

2.2.2 SEM 晶界形态

由光学组织可知，WSTi3515S 合金组织在 850 °C 已经具有相当的稳定性，850 °C 以下的热处理对合金组织和室温性能都没有影响。当热处理温度升高到 950 °C 时，虽然晶界小晶粒长大，平均晶粒尺度减小，但由于热处理过程中主要第二相没有发生溶解和析出，所以室温力学性能也几乎没有发生变化，但高温固溶后的热暴露强度明显升高，延伸率急剧下降，这显然是由于热暴露过程中的第二相沉淀的作用，热暴露过程中析出的第二相在光学组织中无法观察，在 SEM 中， β 晶粒内析出物也几乎没有变化，但热暴露后的晶界形态发生明显变化，图 2 显示合金在不同热处理后和热暴露后的晶界变化。对比热处理和热暴露后的晶界，可以看出，热暴露后，由于第二相在晶界析出增多，并被腐蚀，形成的晶界明显宽化（图 2b、2d），在没有被腐蚀掉的部位，可以明显观察到沿晶界分布的第二相。从 SEM 分析可以看出，WSTi3515S 合金热暴露过程中析出行为主要发生在晶界。

2.2.3 XRD 分析

为了进一步确定 WSTi3515S 合金热处理和热暴露过程中析出相的异同，进行了 XRD 分析，图 3 显示合金热处理和热暴露后的 XRD 分析，从图中可以

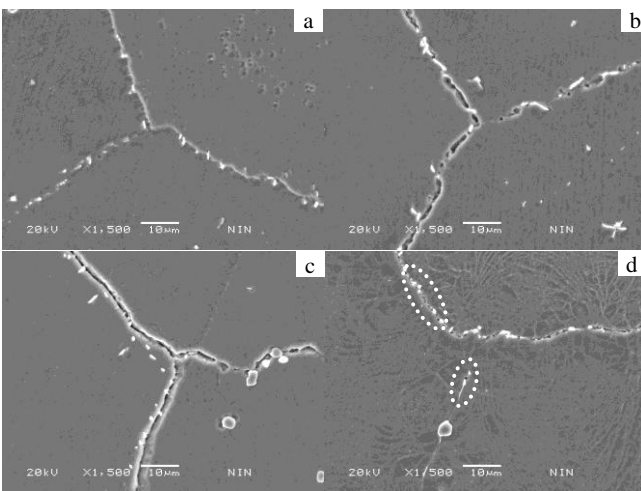


图 2 合金不同热处理后和热暴露后的晶界变化

Fig.2 Grain boundaries evolution of the alloy after different heat treatment and thermal exposure: (a) 650 °C/2 h AC, (b)

650 °C/2 h AC+570 °C/100 h AC, (c) 850 °C/2 h AC+570 °C/100 h AC and (d) 950 °C/2 h AC+570 °C/100 h AC

看出无论是热处理还是热暴露试样，都只显示 β 相的衍射峰，热处理和热暴露后的 β 相的衍射峰完全重合，没有任何偏移，这进一步说明合金在热暴露过程中析出的第二相很少，无法通过 XRD 测试获得。同时， β 相衍射峰没有任何偏移也证明热处理和热暴露后 β 相中元素的固溶度差别不大，说明在热暴露过程中仅从 β 相中析出了少量的第二相。

2.2.4 TEM 分析

文献[2]已说明在 WSTi3515S 合金中主要存在 4 种不同形态析出物：球状的 Ti_2C 、鸡爪状的 $(TiV)C$ 、点状的 Ti_5Si_3 和少量的针状 α 相。为了进一步观察这些析出物热暴露过程中形态的变化，进行 TEM 分析。

图 4 显示合金 950 °C/2 h WQ+550 °C/5 h AC+570 °C/100 h AC 后的 TEM 分析，通过 TEM 测试可以看到，热暴露后，在部分晶界位置形成了沿晶界生长的长条状 α 相和其它析出物（图 4a），同时晶内的针状 α 相（图 4 b）、球状 Ti_5Si_3 相（图 4 c）和鸡爪型的 $(TiV)C$ 粗化。在晶界形成明显的 α 相主要是由于氧元素的作用，WSTi3515S 合金相变点极低（只能通过计算获得，无法实际测试）， β 稳定系数高，所有的热处理和热暴露温度都在相变点以上进行，但由于氧元素的作用，特别是氧在晶界浓度相对较高，导致局部晶界部位相变点升高，热暴露过程中可以析出 α 相。除晶界 α 相外，球状 Ti_5Si_3 相和鸡爪型 $(TiV)C$ 粗化说明了在热暴露过程中存在 Ti_5Si_3 和 $(TiV)C$ 相的沉淀过程，而且，对于 WSTi3515S 合金，热暴露过程中 Ti_5Si_3 和 $(TiV)C$ 相将优先在晶界形核，这主要是因为 WSTi3515S 合金属于全 β 钛合金， β 相的高稳定性使析出物的析出能升高，同时由于热暴露温度较高（远高于相变点），使得第二相的析出形核更为困难，这样第二相就更倾向于在缺陷处的高能区形核，晶界、位错和空位就是这样的高能区，

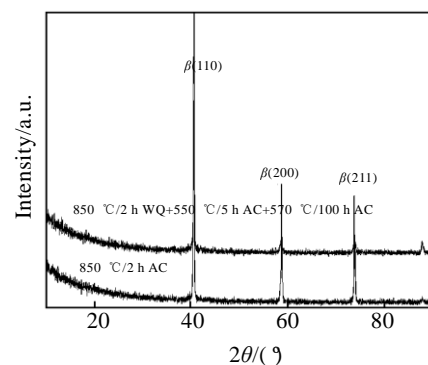


图 3 合金热处理和热暴露后的 XRD 分析

Fig.3 XRD patterns for the alloy after heat treatment and thermal exposure

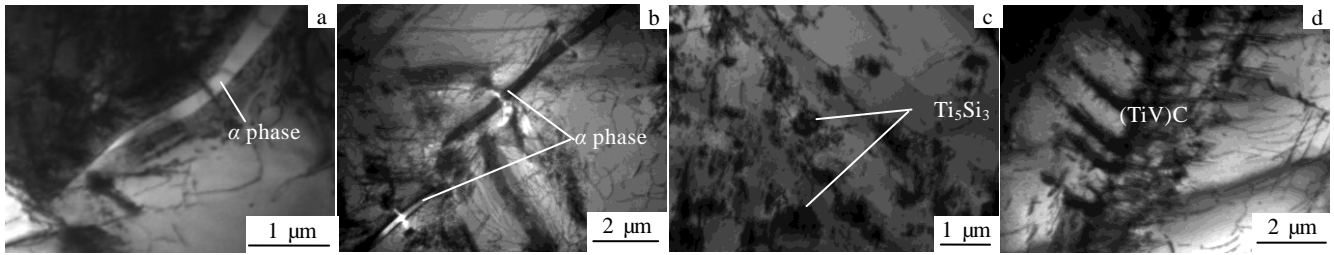


图 4 合金 950 °C/2 h WQ+550 °C/5 h AC+570 °C/100 h AC 处理后的 TEM 组织

Fig 4 TEM images of the alloy after 950 °C/2 h WQ+550 °C/5h AC+570 °C/100 h AC: (a, b) α, (c) silicides, and (d) carbide

相对来说，晶界更容易形核，形成了沿晶界分布的析出物。热暴露过程中，细小的第二相 α、Ti₅Si₃ 和 (TiV)C 主要在晶界析出是 WSTi3515S 合金热暴露组织演化的重要特点，这种特点和 Ti40 合金相似^[9]。

2.2.5 断口分析

图 5 为合金热处理和热暴露后断口组织，从断口形貌可以看到，热处理后，断口既有沿晶断裂，也有穿晶断裂，见图 5a，无论是穿晶断裂，还是沿晶断裂，

在断面形成大量的韧窝，断口形貌表明合金热处理后为韧性断裂。热暴露后，合金断口呈现完全的沿晶断裂，见图 5b、5c，沿晶断裂面平整光亮，晶粒的晶棱清晰可见，这属于典型的脆性断口形貌。热暴露后的断口形貌进一步验证合金在热暴露过程中第二相在晶界沉淀析出。拉伸过程中，裂纹从晶界第二相处萌生，并沿晶界扩展，最终形成完全的沿晶断裂，这是合金热暴露后塑性显著降低的主要原因。

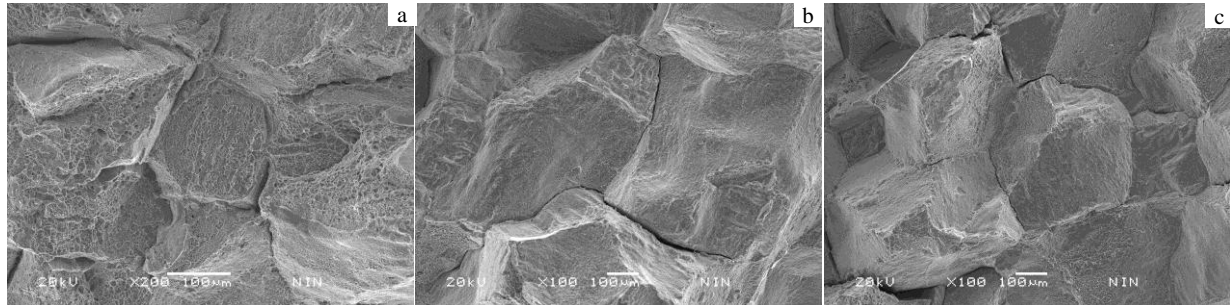


图 5 合金不同处理后的断口形貌

Fig.5 Fractography of the alloy after different treatment: (a) 650 °C/2 h AC, (b) 650 °C/2 h AC+570 °C/100 h, and (c) 850 °C/2 h AC+570 °C/100 h

3 结 论

1) 对于 WSTi3515S 合金，850 °C 以下不同的热处理工艺对合金的组织 and 室温力学性能几乎没有影响，950 °C 热处理后虽然合金组织形态发生明显变化，但室温力学性能几乎不发生变化。

2) WSTi3515S 合金 570 °C 热暴露后，合金强度升高，延伸率显著下降。

3) WSTi3515S 合金 570 °C 热暴露过程中，析出的第二相很少，并且大都产生在晶界，这些晶界析出物

是合金热暴露塑性显著降低的主要原因。

参考文献 References

[1] Hansen J O, Novotnak D, Welter M F *et al.* *Ti'95 Science and Technology*[C]. Cambridge: Cambridge University Press, 1996: 675

[2] Ward C H, Spanos G, Broderick T F *et al.* *Ti'95 Science and Technology*[C]. Cambridge: Cambridge University Press, 1996: 2377

[3] Thomas F Broderick, Jamsheed Reshad, Charles H Ward *et al.*

- Ti'95 Science and Technology*[C]. Cambridge: Cambridge University Press, 1996: 2385
- [4] Zhao Y Q, Qu H L, Zhu K Y *et al. Journal of Materials Science*[J], 2003, 38: 1579
- [5] Xin S W, Zhao Y Q, Zeng W D *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2008, 477: 372
- [6] Lai Yunjin(赖运金), Lei Qiang(雷 强), Ma Fanjiao(马凡蛟) *et al. Chinese Patent Application*, ZL201110014795.8 [P], 2011
- [7] Li Y G, Blenkinsop P A, Loretto M H *et al. Acta Mater*[J], 1998, 46(16): 5777
- [8] Li Y G, Loretto M H, Rugg D *et al. Acta Mater*[J], 2001, 49: 3011
- [9] Xin Shewei(辛社伟), Zhao Yongqing(赵永庆), Zeng Weidong(曾卫东) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2007, 36(11): 2031
- [10] Cao Jingxia(曹京霞), Huang Xu(黄 旭), Mi Guangbao(弥光宝) *et al. Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2014, 34(4): 92

Effect of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of WSTi3515S Alloy

Lai Yunjin^{1,2}, Zhang Pingxiang^{1,3}, Xin Shewei³, Ma Fanjiao^{1,2}, Feng Yong², Liu Xianghong², Kou Hongchao¹,
Zhao Yongqing³

(1. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

(2. Western Superconducting Technologies Co., Ltd, Xi'an 710018, China)

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

Abstract: The microstructure and mechanical properties of WSTi3515S alloy after various heat treatments and thermal exposure treatments were researched. The results indicate that different heat treatments below 850 °C have little effect on microstructure and mechanical properties of the alloy. When the heat treatment temperature is 950 °C, the microstructure of the alloy obviously changes; however, the room-temperature mechanical properties have no change, which indicates that WSTi3515S alloy holds better microstructure and performance stability. After the heat treated samples are thermal exposed at 570 °C for 100 h, the strength of the alloy increases and the elongation sharply decreases. During the thermal exposure process, there is a small quantity of precipitations in the alloy and they mainly distribute at grain boundaries. The precipitation at the grain boundaries is the main reason for the decreased elongation of the alloy after thermal exposure.

Key words: WSTi3515S; heat treatment; microstructure; mechanical properties

Corresponding author: Lai Yunjin, Candidate for Ph. D., Senior Engineer, School of Materials, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, P. R. China, Tel: 0086-29-86514525, E-mail: laiking62@c-wst.com