

冷速对 TC4 钛合金组织和性能的影响

欧梅桂, 夏麒帆, 宋洪超, 梁益龙

(贵州大学 高性能金属结构材料与制造技术国家地方联合工程实验室, 贵州 贵阳 550025)

摘要: 对 TC4 钛合金进行了不同冷速的热处理, 得到了不同层次(晶粒、丛域、片层)的显微组织, 建立了以片层组织尺寸为基础的 Hall-Petch 关系。结果表明: 随着冷却速率的增加, 片层细化, 对应的屈服强度和抗拉强度逐渐升高, 塑性逐渐降低。片层尺寸和力学性能之间较好地符合 Hall-Petch 关系, 片层尺寸是影响力学性能的主要特征参量。

关键词: TC4 钛合金; 不同冷速; 组织尺寸; 力学性能; Hall-Petch 关系

中图分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)02-0638-06

随着近年来航空工业的迅速发展, 人们对钛合金构件的性能要求日益提高。通过热处理及加工工艺改善钛合金的组织结构, 从而提高其性能的研究被广泛开展^[1-5]。在提高金属材料性能方面, 除了采用晶粒细化这种最为有效的方法以外, 通过细化不同层次的组织也具有重要的强韧化作用^[6-8]。然而, 目前大部分针对钛合金的研究主要集中在热加工工艺参数对材料组织与性能的影响方面, 而从多层次组织角度进行钛合金研究并不多, 因此研究多层次组织细化或建立多层次组织与性能关系模型具有重要的意义^[9-13]。

S. Malinov 等人^[14-18]对成分、工艺和性能之间建立了定量关系模型。曾卫东^[19]建立了 Ti1023 合金热加工工艺和力学性能定量关系的预测模型。但是由于钛合金的组织多样化, 定量描述困难, 加之钛合金的力学性能对组织十分敏感, 与组织特征参数之间呈现复杂的非线性关系, 想要从大量统计数据中利用经验回归方法求解多项式系数十分困难, 因此建立组织和性能之间的定量关系模型相对较难。霍尔-派奇 (Hall-Petch) 关系 $\sigma_s = \sigma_0 + Kd^{1/2}$ 是描述晶粒尺寸和力学性能之间最重要的关系式。一方面由于晶界或相界的存在, 材料在变形时位错在界面处受阻, 导致滑移带在界面附近终止; 另一方面, 由于各晶粒之间或各相之间存在位相差, 为了协调变形, 每个晶粒必须进行多滑移, 这就必然会导致位错的相互交割。以上两者的综合作用大大增加了金属材料的强度。晶粒或相越细小, 晶界或相界就越多, 这种强化效应就越显著。

本实验针对 TC4 钛合金在热处理后采取不同冷却速率获得的多层次显微组织及其力学性能进行分析, 选

取片层尺寸作为 Hall-Petch 公式中的 d , 并对公式进行拟合, 以确定钛合金多层次组织中对其性能起决定作用的组织结构, 从而有效地进行组织控制。

1 实验

本实验所用的材料为 TC4 合金锻态棒料, 相变点为 995 °C。成分如表 1 所示。

将原始材料采用电火花线切割机加工成热模拟试样, 试样尺寸如图 1 所示。然后在 DIL805 动态热模拟相变仪上进行热处理实验。将试样加热至 1050 °C, 保温 5 min 后通入氩气进行冷却, 分别以 0.1, 0.5, 1, 5, 10, 15, 20, 30, 50, 80 °C/s 冷却至室温。相变仪加热方式为感应加热, 均温区的范围为 20~1500 °C; 冷却时将氩气通过浸没在液氮浴中的铜热交换器, 输送到样品, 通过控制氩气的输送速度来实现对冷却速率的精准控制。采用 OLYMPUS GX3 光学金相显微镜对试样的显微组织进行观察, 金相试样所用的腐蚀剂为 HF+HNO₃+ H₂O, 比例为 1:3:7。透射电镜样品先在 DKDJ-II 型电解双喷减薄仪上进行减薄, 减薄后用 FEI Tecnai G2 F20 透射电子显微镜观察不同热处理试样的微观组织形貌。采用 INSTRON 8501 电液伺服材料试验机对材料的力学性能进行测试。采用金相截线法对不同层次显微组织参量(晶粒尺寸、丛域尺寸和片层厚度)进行 500 个样本以上的测量统计。

表 1 TC4 钛合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of TC4 alloy (wt%)

Ti	Al	V	Fe	C	Si	Mo	Ni	Cr	B
89.98	5.42	4.29	0.08	0.06	0.07	0.015	0.01	0.001	0.002

收稿日期: 2018-02-26

基金项目: 贵州省科技厅重大专项(黔科合重大专项字(2014)6013); 贵州省科技厅工业攻关项目(黔科合 GZ 字(2014)3018 号)

作者简介: 欧梅桂, 女, 1977 年生, 博士, 教授, 贵州大学材料与冶金学院, 贵州 贵阳 550025, 电话: 0851-83627683, E-mail: rose8239@163.com

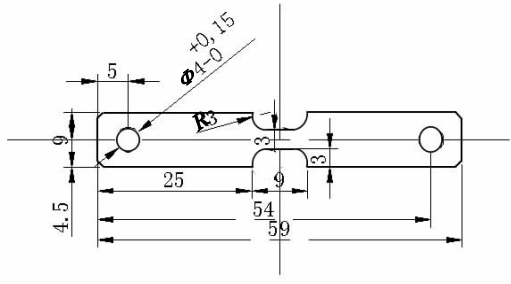


图 1 热处理试样尺寸

Fig.1 Dimension of heat treatment specimen

2 结果与分析

2.1 不同冷速对 TC4 合金显微组织的影响

试样经过不同冷却速度的热处理实验后，得到的显微组织如图 2 所示。当冷却速度为 $0.1\text{ }^\circ\text{C/s}$ ，材料组织为片层 β 转变组织（图 2a），随着冷速的增加，组织由板条状逐渐演变成针状， β 片层逐渐细小，并有针状马氏体产生。晶粒尺寸随冷却速率的变化没有发生太大变化。当冷却速率为 $0.1\text{ }^\circ\text{C/s}$ 时，晶粒尺寸为 $267.25\text{ }\mu\text{m}$ ；当冷却速率为 $80\text{ }^\circ\text{C/s}$ 时，对应的晶粒尺寸为 $252.28\text{ }\mu\text{m}$ （见表 2），仅差十几个微米，这是由于在加热保温阶段晶粒长大已进行得较充分，因此冷速对晶粒尺寸基本没有影响。

从图 2 可以看出，即使在同一晶粒中， β 片层的方向也有可能是不同的，这种具有同一方向的 β 片层簇即丛域组织，丛域组织显示出材料的亚结构特点。图 3 显示了不同冷速下材料的丛域组织尺寸分布情况，可以看

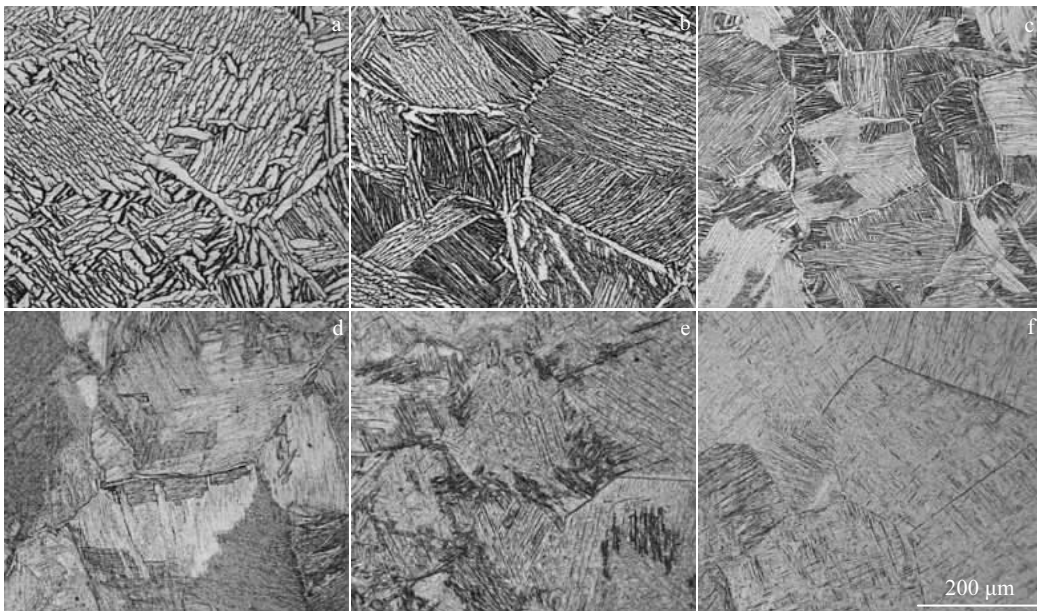


图 2 不同冷却速率下 TC4 的组织形态

Fig.2 Microstructures of TC4 at different cooling rates: (a) $0.1\text{ }^\circ\text{C/s}$, (b) $0.5\text{ }^\circ\text{C/s}$, (c) $1\text{ }^\circ\text{C/s}$, (d) $5\text{ }^\circ\text{C/s}$, (e) $10\text{ }^\circ\text{C/s}$, and (f) $80\text{ }^\circ\text{C/s}$

表 2 冷却速率和组织尺寸的关系

Table 2 Relationship between cooling rate and microstructure size

Cooling rate/ $^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$	Slice thickness/ μm	Colony width/ μm	Grain size/ μm
0.1	4.98	106.26	267.25
0.5	3.63	105.04	266.66
1	2.71	88.25	265.44
5	1.54	91.76	266.17
10	1.26	110.80	265.32
15	1.03	-	258.36
20	0.82	-	257.37
30	0.65	-	255.11
50	0.67	-	252.39
80	0.58	106.14	252.28

出，随着冷却速率的增加，丛域组织尺寸略有减小，但变化趋势不明显。

图 4 和图 5 分别是光镜和透射电镜下显示出的片层组织，其厚度如表 2 所示。由图 5 可以看出，冷速增加后所形成的针状组织经电镜放大后也呈现片层状。片层厚度和冷却速率的关系如图 6 所示：随着冷却速率的增加，组织中片层厚度逐渐减小。当冷却速率较小时，片层厚度随冷速减小变化幅度较大，曲线比较陡峭。当冷却速率较大时，片层厚度随冷却速率增大变化幅度较小，曲线较平滑。在 $20\text{ }^\circ\text{C/s}$ 以后，图 6 中对应曲线近似为平直线。由此可知，慢冷时片层厚度对冷却速率的敏感程度要大于快冷条件下的。

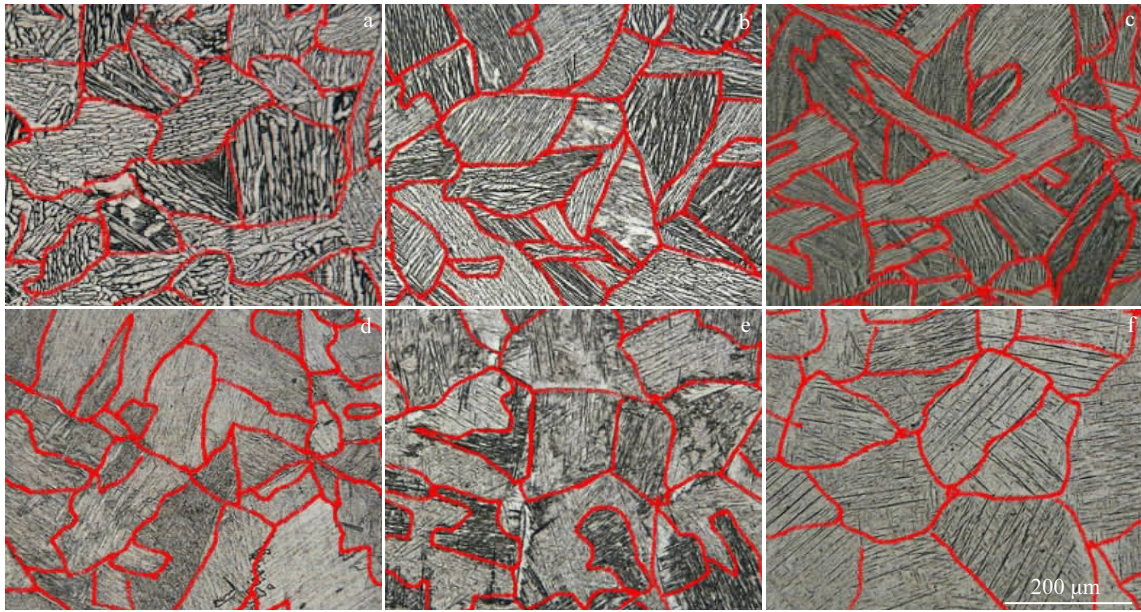


图 3 不同冷却速率下 TC4 合金的丛域组织

Fig.3 Colony microstructures of TC4 alloy at different cooling rates: (a) 0.1 °C/s, (b) 0.5 °C/s, (c) 1 °C/s, (d) 5 °C/s, (e) 10 °C/s, and (f) 80 °C/s

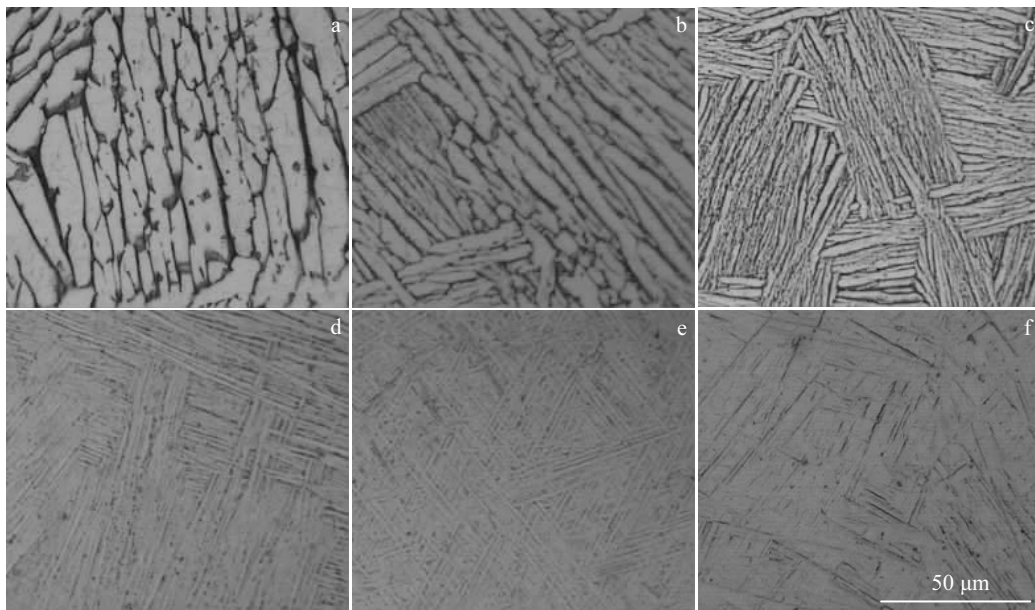


图 4 不同冷却速率下 TC4 合金的片层组织形态

Fig.4 Lamellar microstructures of TC4 alloy at different cooling rates: (a) 0.1 °C/s, (b) 0.5 °C/s, (c) 1 °C/s, (d) 5 °C/s, (e) 10 °C/s, and (f) 80 °C/s

2.2 不同冷速下 TC4 钛合金的力学性能

根据表 3 中给出的不同冷速下材料的力学性能数值, 绘制出如图 7a 所示的不同片层厚度与抗拉强度、屈服强度的近似线性关系曲线。可以看出, 随着片层厚度的减小, 抗拉强度和屈服强度逐渐增加。在冷速为 0.1 °C/s 至 15 °C/s 时 (片层厚度从 4.98 μm 至 1.03 μm), 材

料的抗拉强度逐渐增加, 增幅约为 120 MPa (从 861.35 MPa 到 980.79 MPa)。随着冷却速度的进一步提高, 片层的进一步细化, 强度继续升高到 1000 MPa 以上。片层组织的界面对位错的扩展有阻碍作用, 随着片层厚度的减小, 片层组织的相界面增加, 对位错运动的阻碍也就越大, 在外力作用下, 材料内部的微裂纹在遇到片层

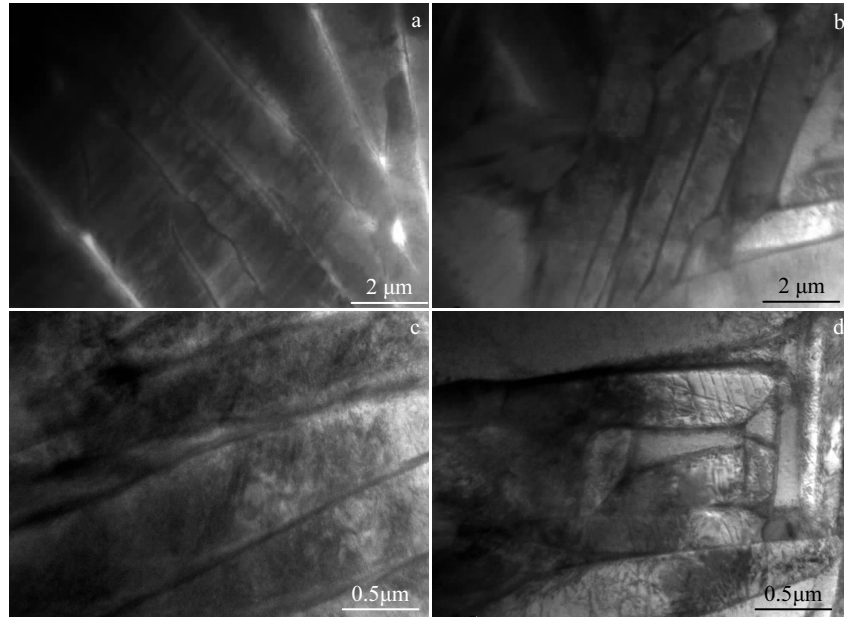


图 5 TC4 合金在不同工艺下的片层 TEM 组织形态

Fig.5 TEM lamellar microstructures of TC4 alloy under different processes: (a) 0.5 °C/s, (b) 15 °C/s, (c) 50 °C/s, and (d) 80 °C/s

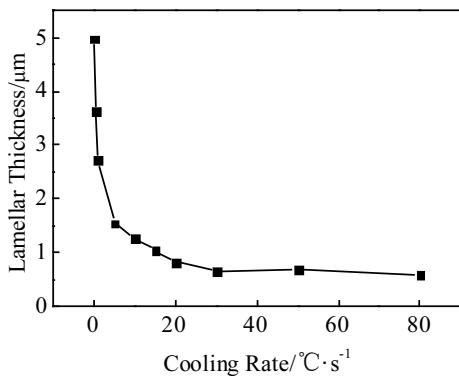


图 6 片层厚度和冷却速率的关系曲线

Fig.6 Correlation between lamellar thickness and cooling rate

表 3 TC4 合金在不同冷速下的力学性能

Table 3 Mechanical properties of the TC4 alloy at different cooling rates

Cooling rate/ °C·s ⁻¹	Yield strength, <i>R_p</i> /MPa	Ultimate tensile strength, <i>R_m</i> / MPa	Elongation, <i>A</i> /%	Contraction of area, <i>Z</i> /%
0.1	790.24	861.35	13.56	15.34
0.5	810.52	890.42	12.88	12.48
1	864.36	933.81	11.56	13.47
5	898.36	974.02	10.14	12.35
10	905.32	972.49	10.24	11.58
15	910.23	980.79	9.58	10.19
20	944.87	1047.54	10.11	9.26
30	950.61	1050.18	9.37	10.36
50	960.12	1097.16	9.25	9.14
80	960.11	1076.19	8.65	9.10

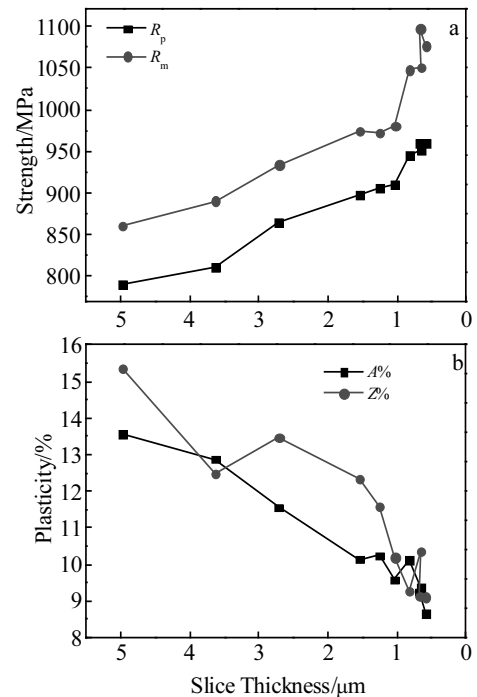


图 7 片层厚度与强度、塑性的关系曲线

Fig.7 Correlation between lamellar thickness and strength (a) and plasticity (b)

边界时受到阻碍，停止扩展^[20]。因此，片层厚度的减小可以提高 TC4 材料的强度。

从表 3 及图 7b 可以看出，随着片层厚度的减小，断

面收缩率和伸长率整体呈现下降趋势。塑性降低的原因是随着冷速的增加，层片间的 β 相含量降低，而 β 相为体心立方，滑移系多，位错容易运动而使应力松弛，因而 β 相的存在有利于塑性的提高。另一个原因是因为冷速加大，一部分组织转变为具有六方晶格的过饱和固溶体 α' 相，即六方马氏体，虽然在钛合金中两相的比容差仅为 0.17%，但是也会产生少部分内应力，使塑性下降。当冷速为 0.5 °C/s（片层厚度约 3.63 μm ）时，出现了断面收缩率 Z 的骤然下降（降至 12.48%），甚至低于冷速 1 °C/s（片层厚度约 2.71 μm ）时的 13.47%。这可能是因为当冷速为 0.5 °C/s 时，出现了 β 相含量骤然降低或者六方马氏体转变量过多（与冷速 1 °C/s 时相比）的偶然现象，从而导致 Z 出现先下降后升高随后又下降的趋势。但总体来看，随着片层厚度的减小，断面收缩率整体呈现下降趋势。

在钛合金中，六方马氏体具有 2 种组织形态。当合金元素含量较少时， M_s 点升高，易形成块状组织，在电镜下观察马氏体呈板条状，板条马氏体内有密集的位错，如图 8 所示。位错随冷速的增大而增多，当板条马氏体内有密集的位错时，随着滑移的进行，位错缠结，导致滑移受阻，从而塑性降低。

2.3 Hall-Petch 关系建立

图 9 是将屈服强度与片层尺寸建立的 Hall-Petch 关系曲线。从拟合曲线可以看出，以片层尺寸作为 d 值建立的 Hall-Petch 关系曲线拟合较好，通过 origin 拟合曲线测得其复相关系数 R 值为 0.97，为影响力学性能的有

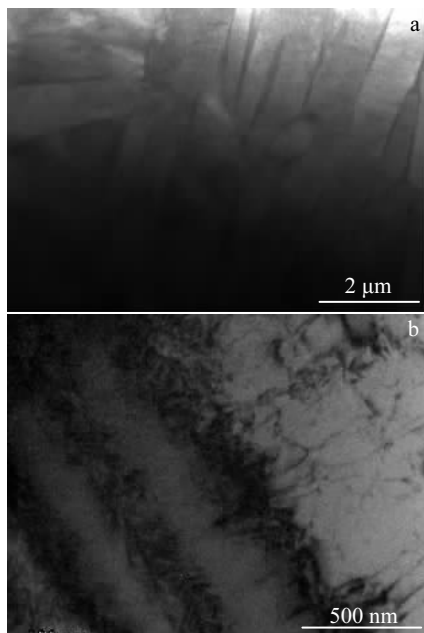


图 8 片层马氏体和位错形貌

Fig.8 Morphologies of lamellar martensite (a) and dislocations (b)

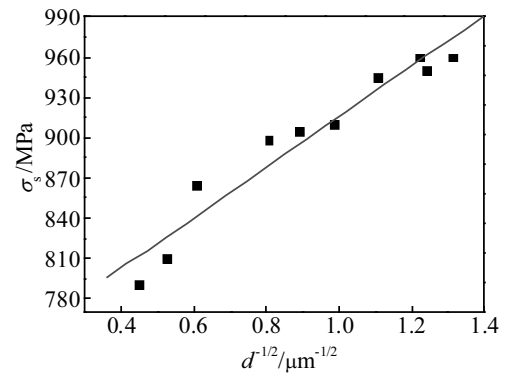


图 9 以片层尺寸建立的 Hall-Petch 关系曲线

Fig.9 Hall-Petch curve based on lamellar size

效或主要特征参数之一。因此给出 Hall-Petch 关系方程 $\sigma_s = \sigma_0 + Kd^{1/2}$ 为： $\sigma_s = 727.16 + 188.51d^{1/2}$ ，反映晶内对变形的阻力 σ_0 为 727.16 MPa，晶界对变形的影响系数为 188.5。

3 结 论

1) 在 β 相区加热保温后，随着冷却速率的增加，TC4 合金的晶粒尺寸无明显变化，晶粒尺寸随冷却速率的变化不呈现线性规律。片层厚度随冷却速率的增加逐渐减小，最后趋于平缓。

2) 随着冷却速率的增加，TC4 合金的屈服强度和抗拉强度逐渐升高，当冷速由 0.1 °C/s 增至 15 °C/s 时，抗拉强度和屈服强度逐渐增加，断面收缩率和伸长率总体呈减小趋势。

3) 对片层尺寸和屈服强度之间建立 Hall-Petch 关系，片层尺寸和力学性能之间能较好地符合 Hall-Petch 关系，复相关系数 R 值为 0.97， $\sigma_s = 727.16 + 188.51d^{1/2}$ ，因此可认为片层厚度为影响力学性能的主要特征参量。

参考文献 References

[1] Tang Di(唐 荻), Wang Jin(王 进), Jiang Haitao(江海涛) et al. *Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2012, 37(3): 28

[2] Gan Zhanghua(甘章华), Liang Yu(梁 宇), Wang Jinlin(王锦林) et al. *Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2014, 39(9): 37

[3] Liu Rui(刘 睿), Hui Xiaosong(惠松晓), Ye Wenjun(叶文君) et al. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2010, 20(1): 691

[4] Ye Hongchuan(叶红川), Wang Yanhao(王彦皓), Zhang Xuehua(张雪华) et al. *Hot Working Technology* (热加工工艺)[J], 2011, 40(16): 179

[5] Ahmed T, Rack H J. *Materials Science and Engineering A*[J], 1998, 243: 206

- [6] Kim H J, Kim Y H, Morris J W Jr. *ISIJ International*[J], 1998, 38(11): 1277
- [7] Roberts M J. *Metall Trans*[J], 1970(1): 3287
- [8] Luo Zhijun, Shen Junchang, Su Hang *et al. Journal of Iron and Steel Research, International*[J], 2010, 17(11): 40
- [9] Li G R, Li Y M, Wang F F *et al. Journal of Alloys & Compounds*[J], 2015, 644: 750
- [10] Liu J, Zeng W, Shu Y *et al. Rare Metal Materials & Engineering*[J], 2016, 45(7): 1647
- [11] Guo P, Zhao Y, Zeng W *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2013, 563(2): 106
- [12] Peng X, Guo H, Shi Z *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2014, 605: 80
- [13] Peng X, Guo H, Wang T *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2012, 533: 55
- [14] Malinov S, Sha W. *Computational Materials Science*[J], 2003, 28(2): 179
- [15] Malinov S, Sha W, Guo Z. *Materials Science & Engineering A*[J], 2000, 283(1-2): 1
- [16] Malinov S, Sha W, Mckeown J J. *Computational Materials Science*[J], 2001, 21(3): 375
- [17] McBride J, Malinov S, Sha W. *Materials Science & Engineering A*[J], 2004, 384(1-2): 129
- [18] Guo Z, Malinov S, Sha W. *Computational Materials Science*[J], 2005, 32(1): 1
- [19] Zeng Weidong(曾卫东), Shu Ying(舒滢), Zhou Yigang(周义刚). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2004, 33(10): 1041
- [20] Li Bo(李波), Zhu Guoming(朱国明), Tao Gongming(陶功明) *et al. Iron and Steel*(钢铁)[J], 2014, 49(7): 101

Effect of Different Cooling Rates on Microstructure and Mechanical Properties of TC4 Alloy

Ou Meigui, Xia Qifan, Song Hongchao, Liang Yilong

(National Local Co-construction Engineering Laboratory for High Performance Metal Structure Material and Manufacture Technology, University of Guizhou, Guiyang 550025, China)

Abstract: TC4 titanium alloy was heat-treated at different cooling rates to obtain different levels of microstructure (grains, colonies and lamellae), and the Hall-Petch relation was established based on different level microstructures. The results show that with the increase of cooling rate, the lamellae are refined; the yield strength and tensile strength increase, whereas the ductility gradually decreases. The relationship between the lamella size and mechanical properties is in accordance with the Hall-Petch relation, so the lamella size is the main characteristic parameter affecting the mechanical properties.

Key words: TC4 alloy; different cooling rates; microstructure size; mechanical properties; Hall-Petch relation

Corresponding author: Liang Yilong, Professor, College of Materials and Metallurgy, Guizhou University, Guiyang 550025, P. R. China, Tel: 0086-851-84734606, E-mail: Liangyilong@126.com