

固溶和时效温度对 TC6 钛合金显微组织与力学性能的影响

雷晓飞, 董利民, 张志强, 胡明, 李炎州, 杨锐

(中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016)

摘要: 研究了不同温度的固溶和时效工艺对 TC6 钛合金显微组织和性能的影响。结果表明: 800~840 °C 固溶后, 合金由初生 α 相和亚稳 β 相组成, 两相随着温度升高而长大, 合金强度和塑性略有上升; 880 °C 固溶后, 亚稳 β 相依然保留到室温, 然而在拉伸过程中出现应力诱变斜方马氏体 α'' 相, 导致双屈服现象; 920~960 °C 固溶后, 初生 α 相减少, 大量的细针状斜方马氏体 α'' 相在亚稳 β 相上析出, 强度上升塑性下降; 当超过 β 相变点固溶后, 主要由粗大针状六方马氏体 α' 相组成, 强度下降同时拉伸为脆性断裂。对于固溶样品经过不同温度时效处理, 主要变化过程是亚稳 β 相分解为次生 α 相及其长大, 300 °C 时效后, 相比固溶态强度上升但塑性下降, 亚稳 β 相中弥散析出次生 α 相及少量的 ω 相; 当时效温度升高到 400 °C, 强度继续上升接近最大值但塑性最差; 500 °C 时效后, 强度最高然而合金元素充分扩散, 塑性得到提升; 550 °C 时效后, 强度有所下降但塑性明显提升, 此时具有较佳的强塑性匹配; 600~700 °C 时效后, 初生 α 相聚集长大并且含量增加, 次生 α 相在 β 基体上析出且逐渐长大为层片状, 强度下降塑性进一步提升。

关键词: TC6 钛合金; 固溶和时效; 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(2020)03-1038-07

Ti-6Al-2.5Mo-1.5Cr-0.5Fe-0.3Si 是一种马氏体型两相热强钛合金, 俄罗斯牌号为 VT3-1, 我国对应牌号为 TC6, 该合金除具有比强度高、抗腐蚀性好等优点外, 还具有良好的塑性, 其服役温度可达 450 °C, 是一种“全能型”钛合金结构材料。该合金常被用于制造航空发动机叶片、涡轮盘等重要部件, 并在前苏联航空发动机上获得了广泛的应用, 也可以用于制造飞机的隔框、紧固件等^[1-3]。由于 TC6 合金在退火后具有较高的塑性和韧性, 同时又具有较高的强度, 作为一种结构钛合金, 能够很好的满足工程设计指标要求, 因此大部分构件都采用退火状态使用, 大量文献也都集中在该合金退火后的显微组织和力学性能等研究^[4-6]。

近年来, 随着航空航天工业的发展, 对结构钛合金提出了更高的强度要求(如抗拉强度 ≥ 1300 MPa), 工程上应用最广泛的 Ti-6Al-4V 合金难以满足这种需求, 因此催生了一系列近 β 型钛合金的发展, 但是这些合金密度大、加工范围小、成本大、强度和塑性匹配比较难控制^[7], 不利于工程应用, 然而, 对于两相钛合金来说, 更容易通过热处理来调节两相的比例, 使合金在较高强度下能保持理想的塑性, 因此采用合

适的双相钛合金制造高强钛合金是一种较好的思路。此外, TC6 合金相比于 Ti-6Al-4V 合金, β 稳定化元素含量更多, 热加工性和淬透性较好^[8], 更合适制造大规格尺寸的高强度紧固件。鉴于此, 为了拓展该合金的使用以及了解影响力学性能的因素具有重要的工程意义。

为了使 TC6 合金能够成为高强钛合金, 已经有部分文献开展了固溶和时效工艺对该合金显微组织和性能的研究, 但对其开展了一些研究主要集中于不同的热处理工艺方面, 如通过普通退火、等温退火、双重退火和固溶时效等工艺, 得到等轴组织、双态组织和片状组织等不同显微组织, 对比其不同组织具有的力学性能, 以此指导生产实践, 然而缺乏对该合金在更宽泛的温度处理后显微组织演化和力学性能变化的认识。双相钛合金在不同热处理过程中存在不同的相变, 例如扩散相变和马氏体相变等, 极易产生多变的组织及性能^[9,10]。因此, 系统地分析该合金在宽泛的热处理温度处理后显微组织演变、各相之间相互转变情况及相应的性能, 是全面了解该合金的基础。

为了丰富对 TC6 合金的认识, 深入挖掘该材料潜在的性能, 本工作系统研究了不同固溶和时效温度处

收稿日期: 2019-03-20

作者简介: 雷晓飞, 男, 1986 年生, 博士, 助理研究员, 中国科学院金属研究所钛合金部, 辽宁 沈阳 110016, 电话: 024-23971942, E-mail: xflel@imr.ac.cn

理后显微组织的演变情况, 重点探讨了热处理后各组成相的形成原因, 分析和讨论了固溶和时效后的不同显微组织对性能的影响, 同时, 旨在获取较佳的固溶时效工艺, 为 TC6 合金在高强状态下应用提供参考。

1 实验

TC6 合金铸锭采用 3 次真空自耗电弧熔炼, 铸锭经过开坯、锻造、轧制、拉拔等工序制成直径为 $\Phi 16$ mm 的棒材, 合金的化学成分如表 1 所示, 合金的 $[Al]_{\text{当}}=7.11$, $[Mo]_{\text{当}}=6.15$, 用金相法测得合金的相变点 T_{β} 为 (970 ± 5) $^{\circ}\text{C}$ 。图 1 为 TC6 合金拉拔态横截面的显微组织 SEM 照片, 其为双态组织, 暗灰色区域为初生 α 相, 灰白色区域为 β 转变组织, β 相中存在大量层片状的次生 α 相。

本实验以拉拔态的 TC6 合金棒材为原始材料, 首先, 进行不同温度的固溶处理, 其工艺为: 800、840、880、920、960 和 1000 $^{\circ}\text{C}$ 保温 1.5 h 后水冷 (WQ); 其次, 对于 880 $^{\circ}\text{C}/1.5$ h/WQ 的样品, 进行不同温度的时效处理, 其分别为: 300、400、500、550、600 和 700 $^{\circ}\text{C}$ 保温 4 h 后空冷 (AC)。在 D/Max-2400PC 型 X 射线衍射仪上进行物相分析, 采用 Cu 靶 $K\alpha$ 射线, 扫描角度范围 $20^{\circ}\sim 70^{\circ}$; 采用 FEI Inspect F50 场发射扫描电子显微镜 (SEM) 和 JEM 2100F 透射电子显微镜 (TEM) 进行显微组织观察, 在 SEM 形貌照片上进行初生 α 相体积分数的统计, 每种热处理状态至少选用 3 张照片; 对不同温度固溶和时效处理后的棒材加工成标准光滑拉伸试样 ($M16\times\Phi 10$), 采用 SANS-CMT5205 万能试验机检测室温拉伸性能, 拉伸试验采用恒定拉伸速度为 1 mm/min。

表 1 TC6 合金棒材的化学成分

Table 1 Chemical composition of TC6 alloy bar ($\omega/\%$)					
Al	Mo	Cr	Fe	Si	Ti
6.09	2.60	1.54	0.49	0.31	Bal.

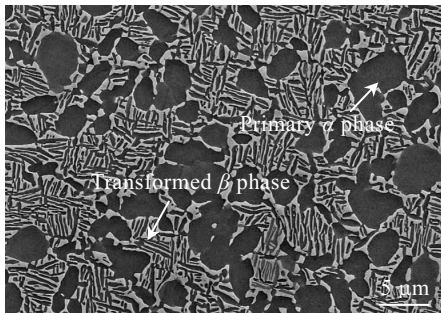


图 1 TC6 合金拉拔态的 SEM 显微组织

Fig.1 SEM image of as-drawn microstructure of TC6 alloy

2 结果与讨论

2.1 TC6 合金相组成和显微组织随固溶温度的演变

图 2 为 TC6 合金经过不同温度固溶处理后的 XRD 图谱。如图所示, 在 800~880 $^{\circ}\text{C}$ 固溶温度范围内, 合金由 α 相和 β 相组成; 当温度升高到 920~960 $^{\circ}\text{C}$ 后, 图谱上有明显的斜方马氏体 α'' 相衍射峰, 此时合金由 α 相, β 相和 α'' 相组成; 当温度超过相变点后 (1000 $^{\circ}\text{C}$), β 相和 α'' 相峰消失, 合金由六方马氏体 α' 相组成。

图 3 为 TC6 合金经过不同温度固溶处理后的显微组织。可见, 在 800~880 $^{\circ}\text{C}$ 固溶处理后, 合金由等轴的初生 α 相和亚稳 β 相组成, 随着温度的升高, 两相尺寸变大; 当固溶温度 920~960 $^{\circ}\text{C}$ 时, β 相里面有明显细针状马氏体 α'' 相析出; 当固溶温度为 1000 $^{\circ}\text{C}$ 时, 合金演变为典型粗大针状马氏体 α' 相。图 4 为初生 α 相的含量随固溶温度的变化趋势。从图中可知, 初生 α 相随固溶温度升高先缓慢降低, 当固溶温度超过 920 $^{\circ}\text{C}$ 后快速降低。

首先, 在较低温度固溶时 (800~880 $^{\circ}\text{C}$), 由于原始棒材在两相区经过塑性加工, 使合金的晶粒发生明显形变及晶格畸变, 极大地提高了缺陷密度和由能, 所以在后续加热过程中, 合金除发生 α 相到 β 相转变外, 两相还会发生回复与再结晶来释放能量。因此, 原始的 β 转变组织中片状次生 α 相溶解, 两相随着温

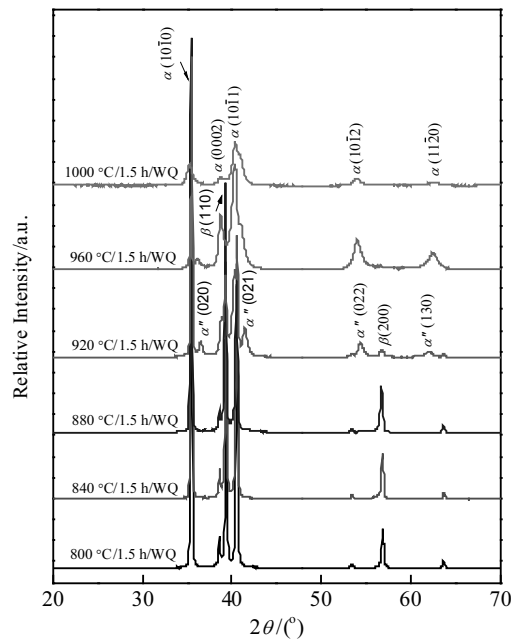


图 2 TC6 合金经不同温度固溶处理后的 XRD 图谱

Fig.2 XRD patterns of TC6 alloy solution-treated at different temperatures

度升高逐渐等轴化并且长大，如图 3a~3c，需要指出的是，初生 α 相含量随固溶温度升高而降低，从 65.8% 降低到 54.7%，然而此阶段由于加热温度较低，初生 α 相减少量较小， β 基体中 β 稳定化元素含量较高，所以 β 基体稳定性相对较高，随后经过水冷后，保留了高温状态，即初生 α 相和亚稳 β 相；其次，固溶温度升高到 920 °C，高温 β 相进一步增加，此时初生 α 相含量减少到 35.8%，此时 β 基体的稳定性明显变弱，易于在随后快速冷却中产生切变的相变，可以观察到大量的细针状马氏体 α'' 相在过冷 β 相中析出，如图 3d 所示；当固溶温度升高到 960 °C（如图 3e），显微组织中统计的初生 α 相含量仅为 3.8%，此时 α'' 相大量弥散分布在过冷 β 相里面；最后，当固溶温度超过相变

点，如图 3f 所示，此时初生 α 相消失，粗大的高温 β 相非常不稳定，随后水冷过程中全部转变为粗大的 α' 相。

2.2 固溶温度对 TC6 合金拉伸性能的影响

图 5 为 TC6 合金经过不同固溶温度处理后的工程应力-应变曲线及拉伸性能，在 800~840 °C 固溶处理后，总体上合金的强度和塑性随着温度升高稍微增加，从显微组织和相组成上可知，合金发生了回复和再结晶，虽然晶粒尺寸随着温度升高长大，但显微组织和元素分配更均匀，因此综合性能有所提高；固溶温度升高到 880 °C，如工程应力-应变曲线所示（图 5a），此时拉伸曲线上存在双屈服现象，由于屈服强度取第 1 个屈服点，因此屈服强度明显降低，随固溶温度升

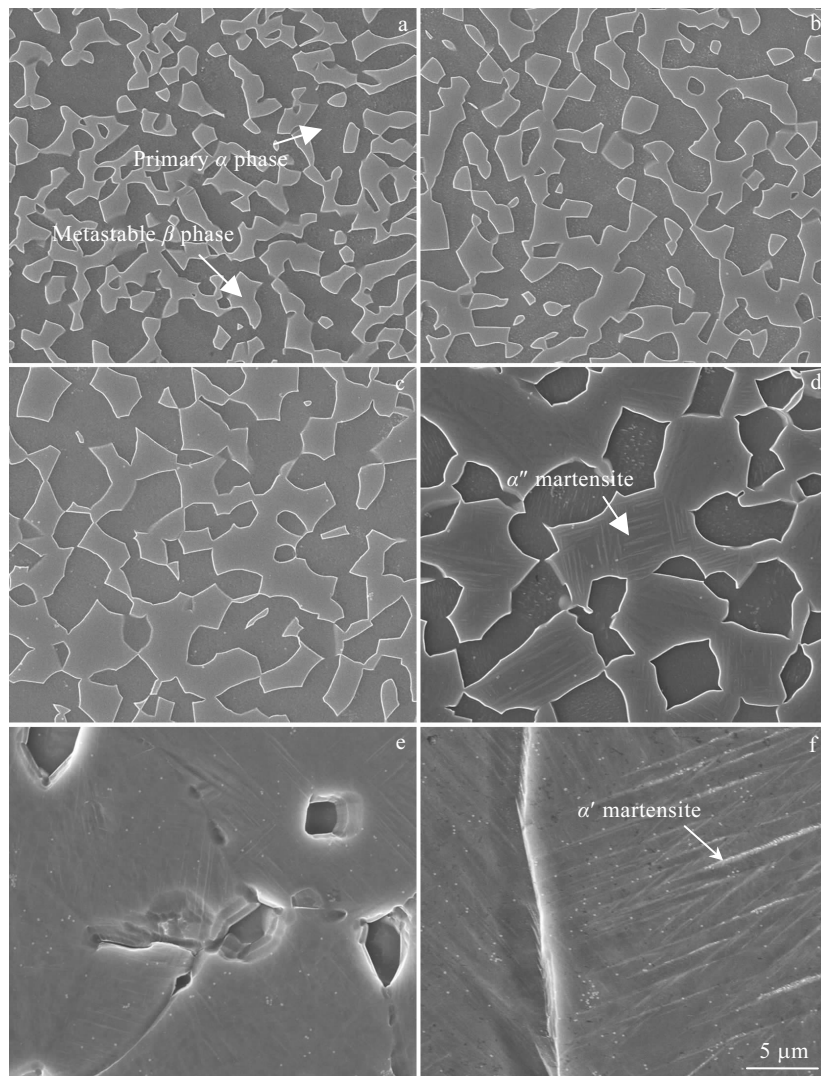


图 3 TC6 合金经不同温度固溶处理后的 SEM 显微组织

Fig.3 SEM images of TC6 alloy solution-treated at different temperatures: (a) 800 °C, (b) 840 °C, (c) 880 °C, (d) 920 °C, (e) 960 °C, and (f) 1000 °C

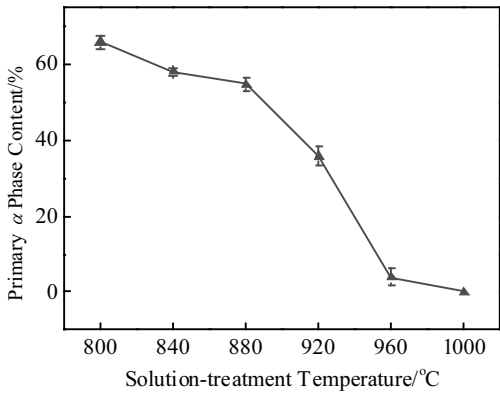


图 4 不同温度固溶处理后初生 α 相的含量变化

Fig.4 Content of primary α phase as a function of solution-treatment temperature

高, 亚稳 β 相含量增加。因此, β 基体中的 β 稳定化元素含量降低, β 相稳定性变差, 从拉伸前后 TEM 形貌和选取电子衍射结果看 (图 6), 拉伸后 β 相中有大量的斜方马氏体 α'' 相存在。由此可知, 在拉伸变形的初期, 部分亚稳 β 相应力诱变为 α'' 相^[11-13], 马氏体相变为主导的塑性变形, 产生第 1 个较低的屈服点, 随着 α'' 相含量的增加, 马氏体相变所需应力超过 α 和 β 相的屈服应力, 位错滑移为主导的塑性变形, 产生第 2 个屈服点; 当 920 °C 固溶处理后, 同样产生双屈服现象, 此时 β 相稳定性变得更差, 亚稳 β 相更容易应力诱变 α'' 相, 同时由于 β 相中本身存在大量的弥散细针状 α'' 相, 导致第 1 个屈服点更低, 另外, 大量的 α'' 相引起明显的弥散强化, 合金的抗拉强度明显提高, 此时组织中保留了一定量的初生 α 相 (图 3d), 等轴初生 α 相可以改善合金的塑性^[14,15], 故塑性降低不明显; 随温度继续升高到 960 °C (接近 β 转变点), α'' 相弥散强化效果继续增加, 但初生 α 相基本消失, 因此塑性明显降低, 拉伸试样发生脆断; 当合金在超过相变点温度处理后 (1000 °C), 原始粗大的 β 相及水冷形成的粗大针状 α' 相导致合金抗拉强度下降, 拉伸为脆性断裂。

2.3 TC6 合金相组成和显微组织随时效温度的演变

图 7 为固溶态 (880 °C/1.5 h/WQ) TC6 合金经过不同温度时效处理后的 XRD 图谱。如图所示, 所有时效的试样均是由 α 相和 β 相两相组成。

图 8 为固溶态 (880 °C/1.5 h/WQ) TC6 合金经过不同温度时效处理后的显微组织。经 880 °C/1.5 h/WQ 处理的样品中无马氏体相析出, 合金由 α 相和 β 相组成, 两相各占 50% 左右 (图 3c)。随后的时效过程主

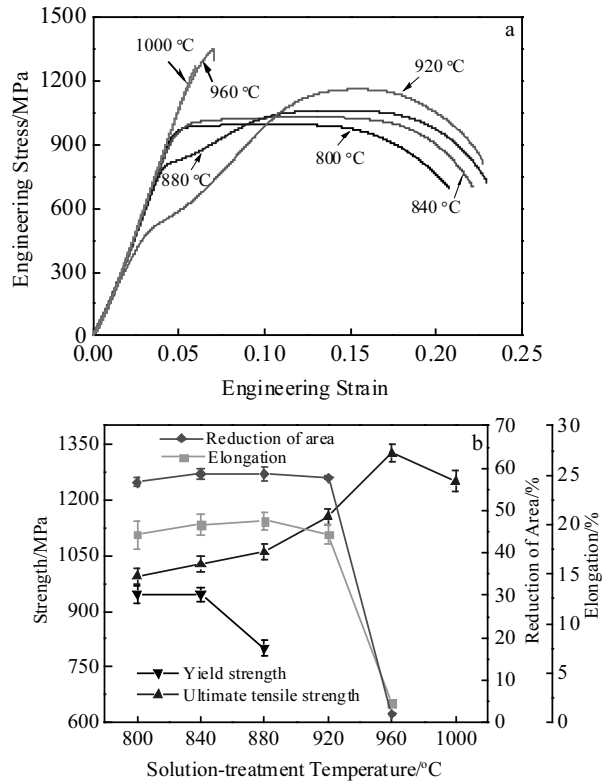


图 5 TC6 合金经不同温度固溶处理后的工程应力-应变曲线及拉伸性能

Fig.5 Engineering stress-strain curves (a) and tensile properties (b) of TC6 alloy solution-treated at different temperatures

要是亚稳 β 相转变为 α 相的过程, 经 300~500 °C 时效处理后, 如图 8a, 8b 和 8c 所示, α 相和 β 相的形貌、大小变化不明显, 统计的初生 α 相含量基本维持在 50% 左右, 在较低温度时效过程中, 合金元素扩散不明显, 初生 α 相稳定, 但是由图 8f 可以看出, 该合金在 300 °C 时效处理后, 主要是 β 基体内部产生转变, β 基体 TEM 形貌及选取电子衍射花样显示有次生 α 相及 ω 相, 需要指出的是, ω 相在 XRD 谱上没有明显的特征峰, 并且随着温度的升高, 不稳定的 ω 相会转化为 α 相^[16]; 当时效温度达到 600 °C, 固溶处理后的亚稳 β 相分解成稳定 α 相和 β 相, 随着时效温度升高, 元素扩散加剧, 除了大量次生 α 相弥散分布在 β 基体中, 可以观察到初生 α 相的集聚长大; 700 °C 时效处理后, 初生 α 相进一步聚集长大且含量增加, 次生 α 相逐渐粗化, 呈层片状分布在 β 基体上。

2.4 时效温度对 TC6 合金拉伸性能的影响

图 9 为固溶态 (880 °C/1.5 h/WQ) TC6 合金经过不同时效温度处理后的拉伸性能。首先经 300 °C/5 h/AC 时效的样品, 与原始固溶态相比, 合金强度有了

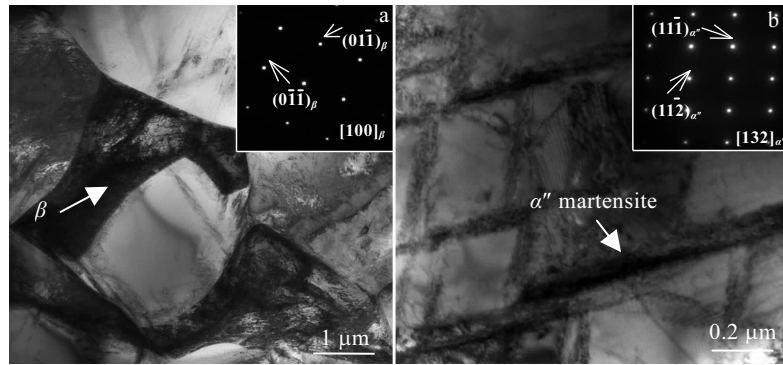


图 6 (880 °C/1.5 h/WQ)拉伸前后 TEM 形貌及选区电子衍射花样

Fig.6 TEM images and selected area electron diffraction pattern before (a) and after (b) tensile deformation

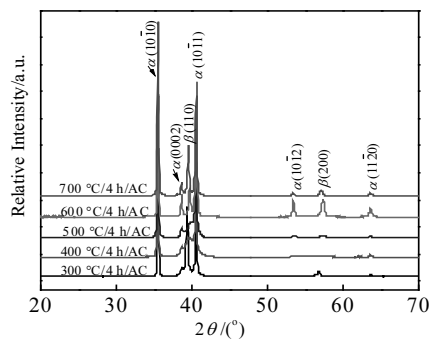


图 7 固溶态 (880 °C/1.5 h/WQ) TC6 合金经不同温度时效处理后的 XRD 图谱

Fig.7 XRD patterns of solution-treated (880 °C/1.5 h/WQ) TC6 alloy aged at different temperatures

明显提升但塑性降低,此时虽然时效温度较低,且从 SEM 上观察该合金保留了固溶态的形貌,α 和 β 相的体积分数变化不明显,但是从 TEM 上分析可知,β 基体中已经开始析出次生 α 相和 ω 相,这些弥散的次生 α 相和 ω 相导致合金强度升高塑性降低,尤其是 ω 相析出使合金塑性明显下降;当时效温度为 400 °C 时,合金元素进一步扩散,析出更多弥散的次生 α 相和 ω 相,合金的抗拉强度继续升高塑性下降;当时效温度升高到 500 °C,强度保持在较高值,合金的塑性得到提升(延伸率 7.9%,断面收缩率 30.3%),但塑性仍然不能够满足工程需要;当时效温度为 550 °C 时,合金强度下降到 1305 MPa,但塑性提升明显(延伸率 12.2%,断面收缩率 42.9%),此时合金满足了高强钛合金的指标,有较佳的强塑性匹配;当时效温度升到 600 °C,由于初生 α 相集聚长大且次生 α 相粗化,弥散强化效果明显减弱,合金强度下降塑性进一步提升;当 700 °C 时效后,β 转变组织明显减少且其中的次生 α 相呈粗片状,导致合金强度下降塑性提高。

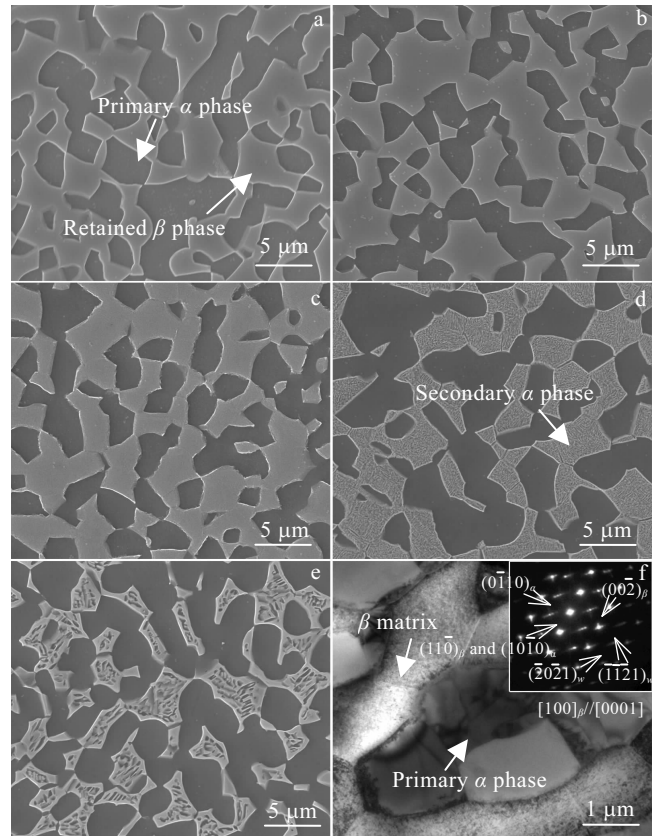


图 8 固溶态 (880 °C/1.5 h/WQ) TC6 合金经不同温度时效处理后的显微组织和 300 °C 时效样品的 TEM 照片及选区电子衍射花样

Fig.8 SEM images (a~e) of solution-treated (880 °C/1.5 h/WQ) TC6 alloy aged at different temperatures: (a) 300 °C, (b) 400 °C, (c) 500 °C, (d) 600 °C, and (e) 700 °C; (f) TEM image of specimen aged at 300 °C and its corresponding selected area electron diffraction pattern

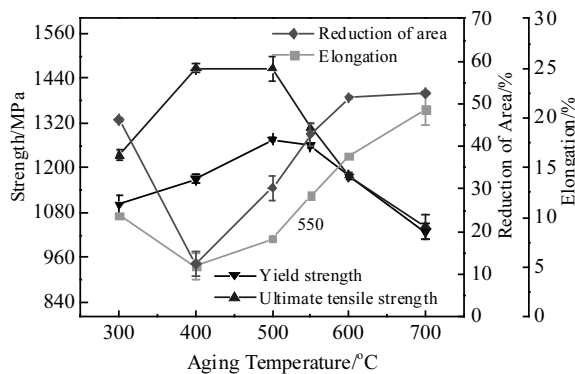


图9 固溶态(880 °C/1.5 h/WQ) TC6 合金经不同温度时效处理后的拉伸性能

Fig.9 Tensile properties of solution-treated (880 °C/1.5 h/WQ) TC6 alloy aged at different temperatures

3 结论

1) 在 800~840 °C 固溶处理后, TC6 合金由 α 相和 β 相组成, 原始双态组织演变为等轴组织, 两相随着温度升高而聚集长大, 合金强度和塑性随温度升高略有上升; 880 °C 固溶后, 依然为等轴组织, 但亚稳 β 相含量增加, 稳定性变差, 拉伸试样出现了双屈服现象, 应力诱变的斜方马氏体 α'' 相使合金屈服强度降低, 抗拉强度提高塑性变化不大; 920 °C 固溶处理后, β 基体中本身存在 α'' 相变, 此时合金强度提升塑性略有下降; 在接近相变点温度 960 °C 固溶后, 初生 α 相基本消失, 合金基本由包含 α'' 相的 β 转变组织构成, 合金强度最大但塑性下降明显; 超过相变点固溶后 (1000 °C), 组织演变为粗针状六方马氏体 α' 相, 强度下降, 拉伸为脆性断裂。

2) 对于 880 °C/1.5 h/WQ 固溶态样品经过不同温度时效处理, 主要是亚稳 β 相分解次生 α 相的过程, 在 300 °C 时效 5 h 后, 初生 α 相和亚稳 β 相的形貌、大小和固溶态基本一致, 但强度与固溶态相比有了明显提升且塑性下降, 此时 β 基体中有弥散的次生 α 相和 ω 相析出; 在 400 °C 时效后, 弥散强化效果加强, 强度提高塑性下降; 在 500 °C 时效后, 强度保持在较高值, 由于温度升高, 元素扩散明显, 塑性得到改善; 在 550 °C 时效后, 强度有所下降但合金的强度和塑性具有较佳的匹配, 此时满足了高强钛合金的性能指标;

最后, 在 600~700 °C 时效后, 次生 α 相在 β 基体中随时效温度升高呈片状长大, 同时初生 α 相随温度升高集聚长大, 导致合金强度继续下降塑性提升。

参考文献 References

- [1] Lütjering G, Williams J C. *Titanium*[M]. Berlin, Heidelberg: Springer-Verlag, 2007: 23
- [2] Banerjee D, Williams J C. *Acta Mater*[J], 2013, 61: 844
- [3] Li M Q, Xiong A M, Huang W C *et al. Mater Charact*[J], 2002, 49: 203
- [4] Zhang Zhu(张 翥), Wang Qunjiao(王群骄), Wang Qunjiao(王群骄). *Metallography and Heat Treatment of Titanium* (钛的金属学和热处理)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2009: 72
- [5] Balasundar I, Ravi K R, Raghu T. *Mater Sci Eng*[J], 2017, A684: 135
- [6] Lei X F, Dong L M, Zhang Z Q *et al. Metals*[J], 2017, 7(4): 131
- [7] Fujii H. *Mater Sci Eng*[J], 1998, A243: 103
- [8] Zhu Zhishou(朱知寿), Wang Qingru(王庆如), Zhou Yu(周宇) *et al. J Aeronaut Mater*(航空材料学报)[J], 2004, 24: 15
- [9] Chen Xun(陈 勋), Fan Qunbo(范群波), Yang Xuewen(杨学文). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2012, 41(12): 2123
- [10] Tarin P, Alonso I, Simón A G *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2008, A481: 559
- [11] Li Xingwu(李兴无), Sha Aixue(沙爱学), Chu Junpeng(储俊鹏) *et al. Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2007(9): 3
- [12] Li Xingwu(李兴无), Su Shengming(苏生明), Lu Minxv(路民旭) *et al. J Aeronaut Mater*(航空材料学报)[J], 2008, 28: 82
- [13] Huang L J, Geng L, Li A B *et al. Mater Sci Eng*[J], 2008, A489: 330
- [14] He D, Zhu J, Zaefferer S *et al. Mater Des*[J], 2014, 56: 937
- [15] Stella P, Giovanetti I, Masi G *et al. J Alloy Compd*[J], 2013, 567: 134
- [16] Zhao Yongqing(赵永庆), Chen Yongnan(陈永楠), Zhang Xuemin(张学敏) *et al. Phase Transformation and Heat Treatment of Titanium Alloy*(钛合金相变及热处理)[M]. Changsha: Central South University Press, 2012: 106

Effects of Solution-Treatment and Aging Temperature on Microstructure and Mechanical Properties of TC6 Titanium Alloy

Lei Xiaofei, Dong Limin, Zhang Zhiqiang, Hu Ming, Li Yanzhou, Yang Rui
(Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

Abstract: Effects of solution-treatment and aging temperature on microstructure and mechanical properties of TC6 titanium alloy were investigated. The results show that when specimens are solution-treated at 800~840 °C, primary α and metastable β phases are formed and they grow up with the increase of the temperature, which result in the slight increase of the strength and ductility. The metastable β phase is also retained after solution-treatment at 880 °C though its stability is weakened, while at this moment double yield phenomenon is observed, which is attributed to stress-induced α'' orthorhombic martensite in the metastable β phase. When specimens are solution-treated at 920~960 °C, primary α phase dissolves, and a large amount of fine acicular α'' orthorhombic martensite precipitates from the metastable β phase; the strength increases and the ductility decreases. The alloy is almost composed of coarse α' hexagonal martensite after solution treatment above the β transus, which leads to the decrease in strength and the brittle fracture during tensile test. In terms of different aging temperatures for solution-treated specimens (880 °C /1.5 h/WQ), the main microstructural changes are the precipitation of secondary α phase from the metastable β phase and its growth. Compared with solution-treated specimens, the specimens aged at 300 °C exhibit higher strength and lower ductility, and it can be seen that some secondary α phase and ω phase have precipitated from the β matrix. As the aging temperature increases to 400 °C, the maximum strength as well as minimum ductility is obtained. The specimens aged at 500 °C maintain the maximum strength, while the ductility is improved due to the sufficient diffusion of alloying elements. When the specimens are aged at 550 °C, they possess the optimum balance of strength and ductility. The primary α phase gradually gathers to grow up and the lamellar secondary α phase apparently disperses in the β matrix after aging at 600~700 °C, which leads to the decrease in strength and the increase in ductility.

Key words: TC6 titanium alloy; solution treatment and aging; microstructure; mechanical properties

Corresponding author: Dong Limin, Ph. D., Professor, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, P. R. China, Tel: 0086-24-23971942, E-mail: lmdong@imr.ac.cn