

Ti-1300F 高强钛合金丝材热处理工艺优化

岳 旭, 同晓乐, 杨嘉璐, 王 田, 张 起, 乔恩利, 曹 瑞

(新疆湘润新材料科技有限公司, 新疆 哈密 839000)

摘要:采用正交试验方法,研究了固溶温度、时效温度和时效时间对 $\phi 6.5\text{ mm}$ Ti-1300F 合金丝材室温拉伸性能和显微组织的影响。结果表明:经 $\alpha+\beta$ 两相区固溶+时效处理后,合金的显微组织由细小等轴初生 α 相、弥散针状次生 α 相和 β 基体组成。时效温度对合金强度和塑性的影响最为显著,固溶温度次之,时效时间的影响最小。根据试验结果对热处理工艺进行了优化,经 $(760\sim790)\text{ }^{\circ}\text{C}/1\text{ h}, \text{WQ}+(500\sim540)\text{ }^{\circ}\text{C}/4\text{ h}, \text{AC}$ 处理后,Ti-1300F 合金丝材获得强度和塑性的良好匹配。

关键词:热处理工艺;高强钛合金;正交试验

中图分类号: TG166.5; TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1009-9964(2021)03-023-06

Optimization of Heat Treatment Process for Ti-1300F High Strength Titanium Alloy Wire

Yue Xu, Tong Xiaole, Yang Jialuo, Wang Tian, Zhang Qi, Qiao Enli, Cao Rui

(Xinjiang Xiangrun New Materials Technology Co., Ltd., Hami 839000, China)

Abstract: The orthogonal test was used to study the effect of solution temperature, aging temperature and aging time on the room temperature tensile properties and microstructure of Ti-1300F alloy wire with diameter of 6.5 mm. The results show that the microstructure of the alloy consists of fine equiaxed primary α phase, dispersed acicular secondary α phase and β matrix after solution and aging process in $\alpha+\beta$ phase. Aging temperature has the most significant effect on the strength and plasticity of the alloy, followed by solution temperature and aging time. The heat treatment process is optimized based on orthogonal test and the results show that the strength and plasticity of Ti-1300F alloy wire has a good match after $(760\sim790)\text{ }^{\circ}\text{C}/1\text{ h}, \text{WQ}+(500\sim540)\text{ }^{\circ}\text{C}/4\text{ h}, \text{AC}$ treatment.

Key words: heat treatment process; high strength titanium alloy; orthogonal test

Ti-1300F 合金是新疆湘润新材料科技有限公司自主研发的一种新型 Ti-Al-Mo-V-Cr-Fe 系亚稳 β 型高强高韧钛合金。该合金按照多元强化及铝、钼当量相匹配的原则进行设计,其铝当量约为 4.5, 钼当量约为 15.8, K_{β} 稳定系数约为 1.63, 设计抗拉强度大于 1300 MPa, 断裂韧性 K_{IC} 大于 $60\text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, 可应用于航空航天及其他民用领域的紧固件、结构件、弹簧等,具有良好的应用前景^[1]。

对于亚稳 β 钛合金而言,其组织和性能对热处理工艺参数非常敏感,最主要的热处理工艺是采用固溶+时效强化热处理方式,在保持较高强度的条件下,

使得塑性和韧性达到最佳的匹配^[2~5]。本研究采用正交试验方法,对比分析固溶温度、时效温度和时效时间对 Ti-1300F 合金组织和力学性能的影响,从而获得该合金最优的热处理制度,为工程化应用提供技术支撑。

1 实验

实验使用的原料为新疆湘润生产的 $\phi 6.5\text{ mm}$ Ti-1300F 合金丝材,采用金相法测得其 β 相变温度为 $(810\pm 5)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。在丝材上切取 $\phi 6.5\text{ mm}\times 50\text{ mm}$ 的热处理试样。以固溶温度、时效温度和时效时间为因素,设计 $L_{16}(4^3)$ 三因素四水平正交试验方案。试验选择的固溶温度为 $740\sim800\text{ }^{\circ}\text{C}$, 保温 1 h 后水冷;时效温度为 $500\sim620\text{ }^{\circ}\text{C}$, 时效时间为 2~12 h, 时

效后空冷, 具体方案如表1所示。

表1 正交试验方案

Table 1 Orthogonal test scheme

Factor	Level 1	Level 2	Level 3	Level 4
Solution temperature/℃	740	760	780	620
Aging temperature/℃	500	540	580	620
Aging time/h	2	4	8	12

采用美特斯CMT5205万能试验机, 按照GB/T 228.1—2010标准进行室温拉伸性能试验。拉伸试样直径3 mm, 标距长度15 mm。每个方案检测2组室温拉伸试样, 取算数平均值作为实验结果。测试后的试样采用JSM-6480扫描电子显微镜(SEM)进行断口形貌分析。金相试样经抛光、腐蚀后, 采用JSM-6480扫描电子显微镜观察显微组织。

2 结果与讨论

2.1 不同热处理工艺下的室温拉伸性能

表2为不同热处理工艺下Ti-1300F合金丝材的室温拉伸性能。从表2中可以看出, 不同固溶和时效

工艺参数下, Ti-1300F合金丝材的强度和塑性均有很大差异, 说明本实验选择的固溶温度、时效温度和时效时间对Ti-1300F合金的力学性能有较大影响。相同时效温度下, 随着固溶温度的提高, Ti-1300F合金抗拉强度和屈服强度不断提高, 在接近相变点的时候(800 ℃固溶)略有下降, 在780 ℃固溶时得到最高抗拉强度和屈服强度结果; 相同固溶温度下, 随着时效温度的提高, 合金抗拉强度和屈服强度不断降低; 时效时间对合金的抗拉强度和屈服强度影响不明显。表3为Ti-1300F合金丝材不同热处理工艺下的室温拉伸性能正交试验极差分析结果。由表3中各因素的相对极差(RR)可看出, 3个热处理参数中, 时效温度的相对极差最大, 其对合金抗拉强度和屈服强度的影响最为明显, 固溶温度次之, 时效时间的影响最小。

文献[6]研究了热处理工艺对近 β 型高强钛合金Ti-6Cr-5V-5Mo-4Al-1Nb(Ti-65541)力学性能的影响, 该合金钼当量和 K_β 稳定系数与Ti-1300F合金相当, 其研究结果可与本实验进行类比。文献[6]研究认为时效温度对Ti-65541合金强度的影响最大, 时效

表2 不同热处理工艺下Ti-1300F合金丝材的室温拉伸性能

Table 2 Room temperature tensile properties of Ti-1300F alloy wire under different heat treatment processes

No.	Solution temperature/℃	Aging temperature/℃	Aging time/h	Room temperature tensile properties			
				R_m /MPa	$R_{p0.2}$ /MPa	A/%	Z/%
1 [#]	740(1)	500(1)	2(1)	1523.5	1442.5	11.50	33.00
2 [#]	740(1)	540(2)	4(2)	1305.0	1262.5	17.00	53.00
3 [#]	740(1)	580(3)	8(3)	1253.0	1197.0	18.25	51.50
4 [#]	740(1)	620(4)	12(4)	1140.5	1082.5	21.00	55.50
5 [#]	760(2)	500(1)	4(2)	1533.0	1457.5	12.25	38.50
6 [#]	760(2)	540(2)	2(1)	1384.5	1335.5	16.00	51.50
7 [#]	760(2)	580(3)	12(4)	1268.0	1232.0	18.25	53.00
8 [#]	760(2)	620(4)	8(3)	1162.5	1106.5	20.25	55.50
9 [#]	780(3)	500(1)	8(3)	1585.5	1487.5	9.25	21.50
10 [#]	780(3)	540(2)	12(4)	1425.5	1340.5	15.50	42.00
11 [#]	780(3)	580(3)	2(1)	1347.5	1263.0	15.50	47.50
12 [#]	780(3)	620(4)	4(2)	1226.5	1149.0	20.00	53.50
13 [#]	800(4)	500(1)	12(4)	1510.5	1415.0	10.00	28.00
14 [#]	800(4)	540(2)	8(3)	1468.0	1385.5	11.00	28.50
15 [#]	800(4)	580(3)	4(2)	1281.0	1179.0	19.00	45.50
16 [#]	800(4)	620(4)	2(1)	1259.0	1161.0	17.50	45.50

表3 不同热处理工艺下 Ti-1300F 合金丝材室温拉伸性能极差分析

Table 3 Range analysis of room temperature tensile properties of Ti-1300F alloy wire under different heat treatment processes

Factor	R_m/MPa				RR/%	
	K_{11}	K_{12}	K_{13}	K_{14}		
Solution temperature	1305.50	1337.00	1396.25	1379.63	90.75	6.70
Aging temperature	1538.13	1395.75	1287.38	1197.13	341.00	25.17
Aging time	1378.63	1336.38	1367.25	1336.13	42.50	3.14
Factor	$R_{p0.2}/\text{MPa}$				RR/%	
	K_{21}	K_{22}	K_{23}	K_{24}		
Solution temperature	1246.13	1282.88	1310	1285.13	63.88	4.99
Aging temperature	1450.63	1331	1217.75	1124.75	325.88	25.44
Aging time	1300.5	1262	1294.13	1267.5	38.50	3.01
Factor	$A/\%$				RR/%	
	K_{31}	K_{32}	K_{33}	K_{34}		
Solution temperature	16.94	16.69	15.06	14.38	2.56	16.25
Aging temperature	10.75	14.88	17.75	19.69	8.94	56.69
Aging time	15.13	17.06	14.69	16.19	2.38	15.06
Factor	$Z/\%$				RR/%	
	K_{41}	K_{42}	K_{43}	K_{44}		
Solution temperature	48.25	49.63	41.13	36.88	12.75	29.00
Aging temperature	30.25	43.75	49.38	52.50	22.25	50.60
Aging time	44.38	47.63	39.25	44.63	8.38	19.05

时间次之，固溶温度的影响相对较小，与本实验得到的结论略有不同。这可能是由于所采用的固溶冷却方式不同导致的。与固溶空冷相比，本实验采用固溶水冷处理时，合金能够更多的保留位错、空位等缺陷，为后期的时效处理增加形核点，使次生 α 相更加细小、弥散地分布于原始 β 基体上，阻碍位错的增殖和滑移，从而起到强化作用。不同的固溶温度对 β 转变基体的成分和含量影响较大，从而影响时效处理效果，引起合金强度和塑性的变化。而采用固溶空冷处理时，适当延长时效保温时间，可以提高时效饱和度，达到优化组织提高强度的作用^[7,8]。由表3还可看出，热处理参数对合金塑性(伸长率A和断面收缩率Z)的影响基本与对抗拉强度和屈服强度的影响相反，随着固溶温度的提高，合金塑性略有降低。随着时效温度的提高，合金塑性升高，而时效时间对合金塑性的影响无明显规律。由各因素的相对极差可看出，时效温度对塑性相对极差的影响最大，是影响合金塑性的最主要因素，

固溶温度对合金塑性的影响次之。

综上所述，Ti-1300F 合金丝材在 780 °C 左右进行固溶处理，在 500 ~ 540 °C 进行时效处理，由表3中时效时间对强度和塑性的影响相对极差和经济性考虑，时效时间选择为 4 h 左右，有望获得良好的强塑性匹配。

2.2 不同热处理工艺下的显微组织

2.2.1 不同固溶处理对显微组织的影响

图1为不同固溶处理后 Ti-1300F 合金丝材的 SEM 照片。由图1可看出，经 $\alpha + \beta$ 两相区固溶 + 时效处理后，合金显微组织由细小均匀的等轴状初生 α 颗粒以及 β 基体上时效析出非常弥散的细针状次生 α 相组成。随着固溶温度的升高，Ti-1300F 合金组织中初生 α 相尺寸略有增大，含量不断减少。初生 α 相尺寸由 740 °C 固溶处理的 0.6 ~ 1.1 μm ，增大到 800 °C 处理的 0.6 ~ 1.5 μm ； α 相体积分数由 740 °C 固溶处理的 18% 左右，降低到 800 °C 处理的 2% 左右。

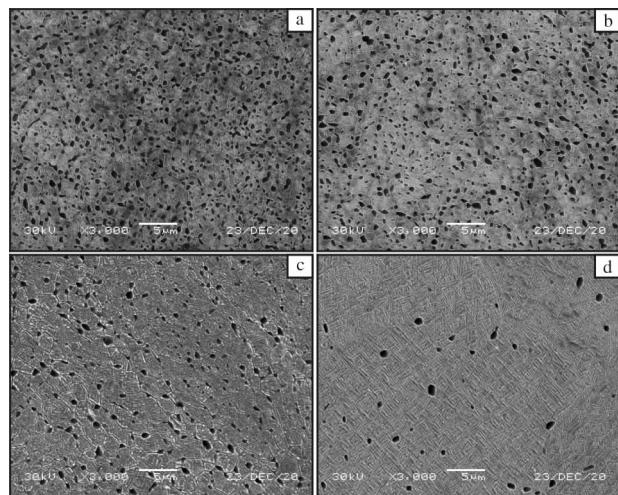


图 1 不同固溶处理后 Ti-1300F 合金丝材的 SEM 照片

Fig. 1 SEM microstructures of Ti-1300F alloy wire treated under different solution treatment processes: (a) 740 °C/1 h, WQ + 540 °C/4 h, AC; (b) 760 °C/1 h, WQ + 540 °C/2 h, AC; (c) 780 °C/1 h, WQ + 540 °C/12 h, AC; (d) 800 °C/1 h, WQ + 540 °C/8 h, AC

已有研究表明,一定数量的等轴状初生 α 相可以起到协调变形的作用,可延迟显微空洞的形核和发展,维持材料良好的塑性。在固溶处理中,随着固溶温度的升高,初生 α 相不断溶解,使得更多的溶质保留在固溶体中,这些溶质是最终时效处理时沉淀析出细小的次生 α 相的必要条件(细小次生 α 相可以使合金获得更高的强度水平)^[9,10]。这与本实验结果一致。从表2中的力学性能数据也可看出,740~780 °C固溶处理后,随着固溶温度的升高,提高了合金元素的溶解度,组织中初生 α 相含量减少,合金塑性略有降低。由于初生 α 相体积分数维持在6%以上,Ti-1300F合金仍具有良好的塑性。当固溶温度提高800 °C时,已经非常接近相变点,初生 α 相体积分数迅速减少,合金塑性随之降低。与此同时,随着固溶温度的升高,初生 α 相向 β 基体中的溶解量增加,降低了 β 相的稳定性,增大了时效处理中次生 α 相析出的驱动力,时效析出的次生 α 相更多,且更加弥散,使得合金得到强化^[11]。从表3中数据也可看出,随着固溶温度的升高,Ti-1300F合金抗拉强度不断提高,由740 °C固溶处理的1305 MPa,提高到800 °C固溶处理的1468 MPa。

2.2.2 不同时效处理对显微组织的影响

图2为不同时效处理后Ti-1300F合金丝材的

SEM照片。由图2可见,780 °C固溶处理+500 °C时效处理后,合金的显微组织由初生 α 相和 β 基体析出的针状次生 α 相组成,弥散分布的细针状次生 α 相可以有效阻碍位错的滑移和攀移,从而起到强化作用。由于次生 α 相的形成属于扩散型同素异构转变过程,时效温度对扩散过程影响较大,当时效温度升高时,扩散速度加快,扩散距离增大,导致 α 相在 β 晶界和 α/β 相界处析出,且这种趋势随着时效温度的升高而越发明显。

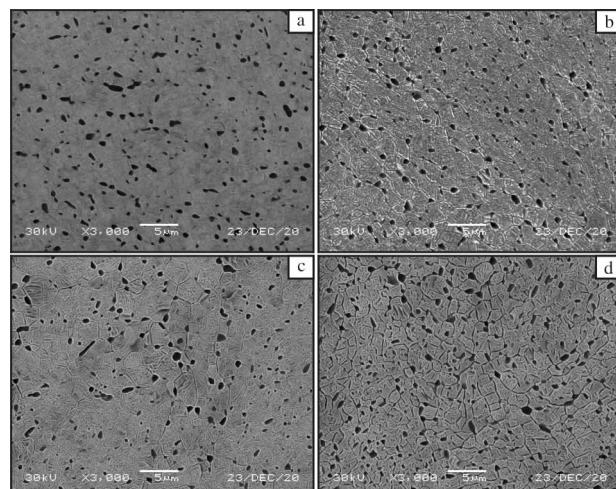


图 2 不同时效处理后 Ti-1300F 合金丝材的 SEM 照片

Fig. 2 SEM microstructures of Ti-1300F alloy wire treated under different aging treatment processes: (a) 780 °C/1 h, WQ + 500 °C/8 h, AC; (b) 780 °C/1 h, WQ + 540 °C/12 h, AC; (c) 780 °C/1 h, WQ + 580 °C/2 h, AC; (d) 780 °C/1 h, WQ + 620 °C/4 h, AC

图2b显示,时效温度达到540 °C时,Ti-1300F合金初生 α 相颗粒间出现明显的短棒状晶界 α 相。当时效温度为620 °C时,次生 α 相数量不断增多,且明显粗化,初生 α 相颗粒之间的晶界 α 相也不断加粗,并呈连续分布。而此过程初生 α 相形貌和尺寸无明显变化。针状次生 α 相聚集粗化大大降低了其强化效果,但其尖端钝化,导致应力集中减弱,使得合金强度降低,塑性提高,与拉伸试验结果相吻合^[12~15]。当时效温度为500 °C时,Ti-1300F合金强度可达1585.5 MPa,伸长率为9.25%;时效温度为540 °C时,合金的强度为1425.5 MPa,伸长率提高至15.5%;当时效温度升高至620 °C时,合金强度明显降低,塑性提高,此时的强度为1226.5 MPa,伸长率为20.0%。

3 热处理工艺优化

3.1 热处理优化方案与结果

根据上述 $L_{16}(4^3)$ 正交试验分析结果, 按优化后的热处理工艺(见表4)对 Ti-1300F 合金丝材进行热处理试验。

表4 优化后的热处理工艺

Table 4 Optimized heat treatment processes

No.	Heat treatment process
5 [#]	760 °C/1 h, WC + 500 °C/4 h, AC
17 [#]	770 °C/1 h, WC + 520 °C/4 h, AC
18 [#]	780 °C/1 h, WC + 540 °C/4 h, AC
19 [#]	790 °C/1 h, WC + 520 °C/4 h, AC

图3为热处理工艺优化后 Ti-1300F 合金丝材的室温拉伸性能。由图3可看出, 时效温度仍然是影响 Ti-1300F 合金丝材强度和塑性的主要因素, 随着时效温度的升高, 合金强度降低, 塑性升高。时效温度从 500 °C 提高到 540 °C, 合金抗拉强度从 1533 MPa 降低到 1435 MPa, 伸长率由 12.25% 提高到 16.5%。相同时效温度下(520 °C), 固溶温度从 770 °C 提高到 790 °C, Ti-1300F 合金抗拉强度从 1462 MPa 提高到 1507 MPa, 伸长率由 15.0% 降低到 11.0%。经 760 ~ 790 °C 固溶处理和 500 ~ 540 °C 时效处理后, 合金室温抗拉强度可达到 1435 ~ 1533 MPa, 屈服强度可达到 1350 ~ 1457.5 MPa, 伸长率可达到 11.0% 以上, 断面收缩率可达到 32% 以上。在此范围内热处理后的 Ti-1300F 合金丝材具有强度和塑性的良好匹配。

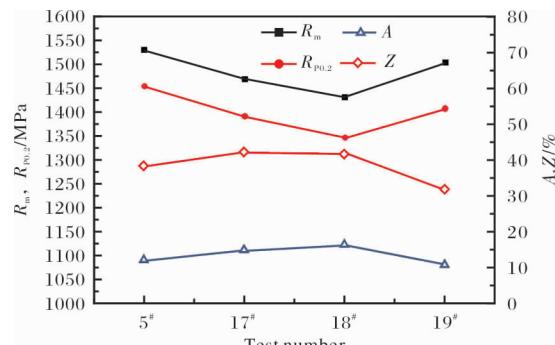


图3 热处理工艺优化后 Ti-1300F 合金丝材的室温拉伸性能

Fig. 3 Room temperature tensile properties of Ti-1300F alloy wire after optimized heat treatment process

3.2 显微组织分析

图4为热处理工艺优化后 Ti-1300F 合金丝材的 SEM 照片。从图4中可以看出, 经(760 ~ 790) °C/1 h, WQ + (500 ~ 540) °C/4 h, AC 固溶 + 时效处理后, Ti-1300F 合金的显微组织由均匀细小的初生 α 颗粒、细针状次生 α 相和 β 转变基体组成。这种组织既能保证合金具有良好的塑性, 同时, 由于大量弥散次生 α 相的存在, 可以起到有效的强化作用, 使合金具有强度和塑性的良好匹配, 这与力学性能测试结果一致。

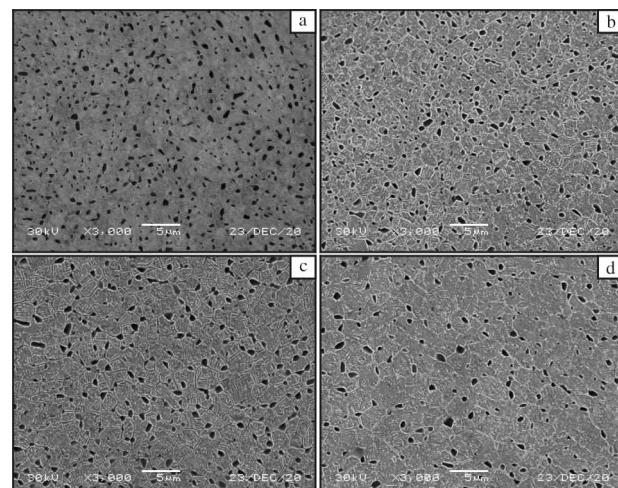


图4 热处理工艺优化后 Ti-1300F 合金丝材的 SEM 照片

Fig. 4 SEM microstructures of Ti-1300F alloy wire after optimized heat treatment processes: (a) 760 °C/1 h, WQ + 500 °C/4 h, AC; (b) 770 °C/1 h, WQ + 520 °C/4 h, AC; (c) 780 °C/1 h, WQ + 540 °C/4 h, AC; (d) 790 °C/1 h, WQ + 520 °C/4 h, AC

3.3 断口形貌

经 α + β 两相区固溶 + 时效处理后, Ti-1300F 合金丝材室温拉伸试样断口由纤维区和剪切唇组成, 纤维区呈灰暗色纤维状, 剪切唇呈环锥状, 试样断口呈明显的韧性断裂特征。图5为热处理工艺优化后 Ti-1300F 合金丝材的断口微观形貌。可以看出, 试样断口有大量韧窝, 韧窝呈等轴状, 分布均匀且比较深, 部分韧窝底部出现二次裂纹。对比图5a 和图5c 可知, 随着时效温度的提高, 韧窝尺寸和深度略有增大, 说明 Ti-1300F 合金在断裂前经历了更多的塑性变形, 合金塑性提高, 这与拉伸试验结果一致。以上分析表明, 经(760 ~ 790) °C/1 h, WQ + (500 ~ 540) °C/4 h, AC 固溶 + 时效处理后, Ti-1300F 合金丝材具有良好的塑性。

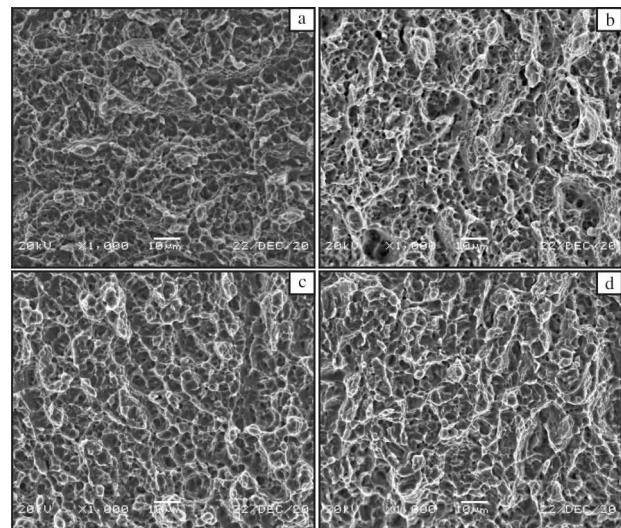


图 5 热处理工艺优化后 Ti-1300F 合金丝材的断口微观形貌

Fig. 5 Fracture morphologies of Ti-1300F alloy wire after optimized heat treatment process: (a) 760 °C/1 h, WQ + 500 °C/4 h, AC; (b) 770 °C/1 h, WQ + 520 °C/4 h, AC; (c) 780 °C/1 h, WQ + 540 °C/4 h, AC; (d) 790 °C/1 h, WQ + 520 °C/4 h, AC

4 结 论

(1) 固溶 + 时效热处理中, Ti-1300F 合金丝材强度和塑性受时效温度的影响最大, 固溶温度次之, 时效时间的影响最小。随着固溶温度的提高, 合金抗拉强度和屈服强度不断提高, 而合金的塑性不断降低; 随着时效温度的提高, 合金强度呈降低趋势, 塑性升高; 时效时间对合金强度和塑性的影响不明显。

(2) 经 α + β 两相区固溶 + 时效处理后, Ti-1300F 合金丝材显微组织由细小均匀的等轴状初生 α 相, 以及 β 基体上时效析出弥散的细针状次生 α 相组成。随着固溶温度的升高, Ti-1300F 合金组织中初生 α 相含量不断减少, 次生 α 含量增加; 相同固溶温度下, 随着时效温度的提高, 次生 α 相数量增加且不断粗化。

(3) 经(760~790) °C/1 h, WQ + (500~540) °C/4 h, AC 处理后, Ti-1300F 合金室温抗拉强度可达到 1435~1533 MPa, 屈服强度可达到 1350~1457.5 MPa, 伸长率可达到 11.0% 以上, 断面收缩率可达到 32% 以上。此范围内热处理后的 Ti-1300F 合金丝材获得强度和塑性的良好匹配。

参考文献 References

- [1] 新疆湘润新材料科技有限公司. 一种 Ti-1300F 新型高强高韧钛合金及其制备方法: CN202010287452.8[P]. 2020-06-30.
- [2] 李思兰, 侯智敏, 尹雁飞, 等. 热处理对热加工态 TB2 钛合金显微组织及力学性能的影响[J]. 钛工业进展, 2015, 31(6): 31~35.
- [3] Huang C W, Zhao Y Q, Xin H W, et al. Effect of microstructure on tensile properties of Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-1Zr alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2017, 693: 582~591.
- [4] Dikovits M, Poletti C, Warchomicka F. Deformation mechanisms in the near- β titanium alloy Ti-55531[J]. Metallurgical Materials Transactions A, 2014, 45(3): 1586~1596.
- [5] 陈威, 孙巧艳, 肖林, 等. 时效工艺对 Ti1023 合金微观组织和力学性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2011, 40(4): 708~713.
- [6] 刘运玺, 陈玮, 李志强, 等. 固溶时效对 Ti-6Cr-5V-5Mo-4Al-1Nb 合金组织和力学性能的影响[J]. 钛工业进展, 2019, 36(5): 23~28.
- [7] 葛鹏, 赵永庆, 周廉. 一种新型高强度亚稳 β 钛合金 Ti-B20[J]. 稀有金属材料与工程, 2005, 34(5): 790~794.
- [8] Tetyukhin V, Vinokrov D. Metallurgy of titanium production (titanium sponge, melting, conversion, alloys) [C]// Lutjering G, Albrecht J. Ti-2003 Science and Technology. Darmstadt, Germany: Wiley-VCH, 2004: 111~120.
- [9] 邹丽娜, 叶文君, 付艳艳, 等. 热处理对 Ti-3Al-2Fe-8V-1.5Mo 合金组织和拉伸性能影响[J]. 稀有金属, 2019, 43(4): 343~348.
- [10] 郭真真, 曾卫东, 朱艳春, 等. Ti60 合金近 β 锻造后微观组织断口形貌研究[J]. 材料导报, 2013, 27(9): 112~121.
- [11] Boyne A, Wang D, Shi R P, et al. Pseudospinodal mechanism for fine α / β microstructures in β -Ti alloys[J]. Acta Materialia, 2014, 64: 188~197.
- [12] 周伟, 葛鹏, 赵永庆, 等. 热处理对高强钛合金组织和性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2005, 34(S3): 347~349.
- [13] 付艳艳, 宋月清, 惠松骁, 等. β 钛合金的强韧化机制分析[J]. 稀有金属, 2009, 33(1): 92~95.
- [14] Huang X, Cuddy J, Goel N, et al. Effect of heat treatment on the microstructure of a metastable β -titanium alloy [J]. Journal of Materials Engineering Performance, 1994, 3(4): 560~566.
- [15] 信云鹏, 朱知寿, 王新楠, 等. TB17 钛合金两相区等温时效析出行为研究[J]. 钛工业进展, 2020, 37(3): 10~14.