

电子束快速成形 TC18 钛合金的显微组织与硬度的关系

Relation Between Microstructure and Micro-Hardness of TC18 Titanium Alloy Based on Electron Beam Rapid Forming

沈阳理工大学材料科学与工程学院 蔡雨升 金光
中航工业北京航空制造工程研究所 锁红波
中国科学院金属研究所 刘建荣

[摘要] 研究了电子束快速成形 TC18 钛合金(简称 KTC18)3 种典型退火制度下显微组织演化规律及与显微硬度的关系。结果表明,在 700~830°C 单一退火条件下,合金相组成为初生 α 相与亚稳 β 相,随着温度升高,初生 α 相体积分数减少,基体显微硬度变化较小;在双重退火条件下,500~650°C 之间低温退火过程中会析出细小、编织排列的条状 α 相,可显著提高基体硬度,随着低温退火温度升高, α 析出相粗化且数量变少,导致基体硬度降低;三重退火条件下,高温炉冷和中温退火过程中会产生粗大的竹叶状一次 α 相,其数量随中温退火温度升高而减少,对显微硬度影响较小。低温退火析出的细小、弥散 α 相对 KTC18 显微硬度影响最大,其数量和尺寸取决于其他类型 α 相的数量和低温退火制度。

关键词: 电子束快速成形 TC18 显微组织 显微硬度

[ABSTRACT] Microstructure and micro-hardness of TC18 titanium alloy based on electron beam rapid forming under three kinds of typical heat treatments are studied. The results show that, under single heat treatment condition, the alloy is composed of primary α phase and metastable β phase. With increasing of temperature, volume fraction of primary α phase decreases and no obvious variation on micro-hardness is found. Under double heat-treatment conditions, fine α phase occurs during low temperature annealing at 500~650°C and can increase micro-hardness significantly, however, with increasing of temperature, fine α phase becomes coarsened and its length-width ratio decreases, which results in decreasing of micro-hardness. Under triple heat-treatment conditions, coarse bamboo-leaf-like α phase occurs during furnace-cooling and medium-temperature annealing stage. Bamboo-leaf-like α phase in the present article has a relatively

small effect on micro-hardness. Fine α phase during low temperature annealing affects micro-hardness most and its amount and size depend on amount of other type coarse α phases and low-temperature annealing conditions.

Keywords: Electron beam rapid forming TC18 Microstructure Micro-hardness

TC18 是一种析出相强化的过渡型 $\alpha+\beta$ 钛合金,相当于前苏联的 BT22 合金,其名义成分为 Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe。由于具有较高的 Mo 含量且含有质量分数约 1.0% 的 Cr 和 Fe,故具有与 Ti-1023 合金相当的热处理强化效应及较高的淬透性^[1],该合金可在获得高强度的同时保持足够的塑性和韧性,适合于制造大型航空承力结构件。

TC18 兼有 $\alpha+\beta$ 和 β 两类钛合金特性,热处理工艺参数及其不同组合对该合金的显微组织和力学性能有复杂影响。因此国内外针对该合金热处理与组织、性能关系做了大量的研究工作^[2-7]。目前 TC18 合金锻件推荐的热处理制度为 820~850°C,1~3h,炉冷至 740~760°C,1~3h,空冷 500~650°C,2~6h,空冷三重热处理^[2]。

采用常规锻造工艺制作复杂结构件时,存在工艺复杂、材料利用率低、成本高、制造周期长等缺点。快速成形技术是近几年兴起的新技术,该项技术在国外已比较成熟,且已经应用于航空领域。目前快速成形技术主要分为两种,一种是激光快速成形,另一种是电子束快速成形,前者采用的原材料主要是合金粉末,后者可采用合金丝材和粉末。作为一项具有广阔应用前景的新技术,在国内也得到了高度重视^[8-9]。

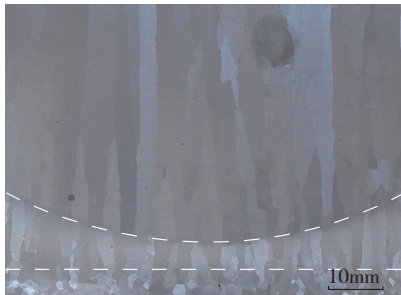
基于熔丝沉积的电子束快速成形技术是从零件三维 CAD 模型出发,在真空环境中利用电子束熔化送进的金属丝材,按照预先规划的路径层层堆积,直接制造金属零件或近净成形毛坯的新型增材制造技术^[10]。与常规锻造、铸造工艺相比,具有无需模具、周期短、成本

低、反应敏捷的特点。与基于送粉的激光熔敷、基于铺粉的选区熔化等其他高能束流快速成形技术相比,基于熔丝沉积的电子束快速成形技术具有成形速度快、保护效果好、尺寸精度略低的特点,因此更适宜制造大型复杂金属承力结构件^[9]。

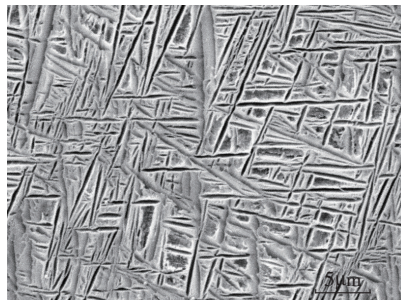
目前国内外快速成形钛合金研究最多的是 Ti-6Al-4V^[8,10-11]。TC18 是一种典型的结构件用高强钛合金,但关于该合金 TC18 电子束快速成形的文献非常少^[1]。快速成形钛合金显微组织与常规锻态组织完全不同,加之 TC18 合金对热处理制度非常敏感,因此研究电子束快速成形 TC18 显微组织与力学性能关系具有重要意义。本文主要研究不同热处理工艺下电子束快速成形 TC18 的显微组织及显微硬度,揭示热处理过程中显微组织的演化规律及与显微硬度的关联关系,为性能调控提供依据。

1 试验材料及方法

本文所用材料为北京航空制造工程研究所提供的电子束快速成形 TC18 钛合金(简称 KTC18)。坯料尺寸为:宽 92mm,长 190mm,高 110mm。图 1(a)和(b)分别为试验料的低倍和高倍组织。由图 1(a)可见,低倍组织为典型的柱状晶,沿柱状晶生长方向,即图 1(a)中由下至上依次为等轴晶区(I区,约 1mm)、细柱状晶区(II区,宽 1~2mm)及粗柱状晶区(III区,宽 2~4mm);图 1(b)为 SEM 高倍组织,可见柱状晶内 β 基体上存



(a) 低倍组织



(b) SEM 金相组织

图1 KTC18试样组织

Fig.1 Microstructure of KTC18 sample

表1 KTC18热处理试验方案

热处理分类	编号	热处理制度
单重退火	TH (1)	700℃ /40min, 水淬
	TH (2)	750℃ /40min, 水淬
	TH (3)	800℃ /40min, 水淬
	TH (4)	815℃ /40min, 水淬
	TH (5)	830℃ /40min, 水淬
双重退火	TH (6)	830℃ /40min, 水淬, 500℃ /4h, 空冷
	TH (7)	830℃ /40min, 水淬, 550℃ /4h, 空冷
	TH (8)	830℃ /40min, 水淬, 600℃ /4h, 空冷
	TH (9)	830℃ /40min, 水淬, 650℃ /4h, 空冷
三重退火	TH (10)	830℃ /40min, 炉冷→770℃ /2h, 水淬, 600℃ /4h, 空冷
	TH (11)	830℃ /40min, 炉冷→755℃ /2h, 水淬, 600℃ /4h, 空冷
	TH (12)	830℃ /40min, 炉冷→740℃ /2h, 水淬, 600℃ /4h, 空冷
	TH (13)	830℃ /40min, 炉冷→725℃ /2h, 水淬, 600℃ /4h, 空冷

在编织排列的条状 α 相,长宽比差异较大。

为研究热处理过程中显微组织的演化规律及其对显微硬度的影响,采用了表 1 所示热处理制度,热处理在三段式电阻炉内进行。

所有金相试样均采用线切割下料,带线切割切口的一侧经 100#SiC 砂纸粗磨→2000#SiC 砂纸精磨→手动抛光,抛光液为 SiO₂ 溶液,采用配比为 1HF-1HNO₃-50H₂O (体积比) 的腐蚀剂进行金相腐蚀,在 Zeiss Axiovert 200 MAT 光学显微镜上进行显微组织观察;采用岛津 SSX-550 扫描电镜(SEM)进行析出相观察;采用 FM-700 显微硬度仪进行硬度测试,载荷为 2000N,加载时间为 10s,显微硬度均在 α 相以外的 β 基体上测试。

2 结果分析与讨论

2.1 KTC18 3 类典型热处理条件下的显微组织

2.1.1 单重退火条件下热处理温度对 KTC18 显微组织的影响

图 2 为单重退火条件下 KTC18 的显微组织。在 725~815℃ 范围内退火,在金相显微镜下可以看到存在两种相:灰色衬度的 β 相和镶嵌于其上黑色衬度的条状 α 相。由图 2 可以看到,随退火温度升高,α 相体积分数和长宽比都降低。这些条状 α 相在退火前即已经存在,因此称之为初生 α 相,以区别于退火过程中析出的 α 相。这种初生 α 相形貌上与传统锻造组织中接近等轴的初

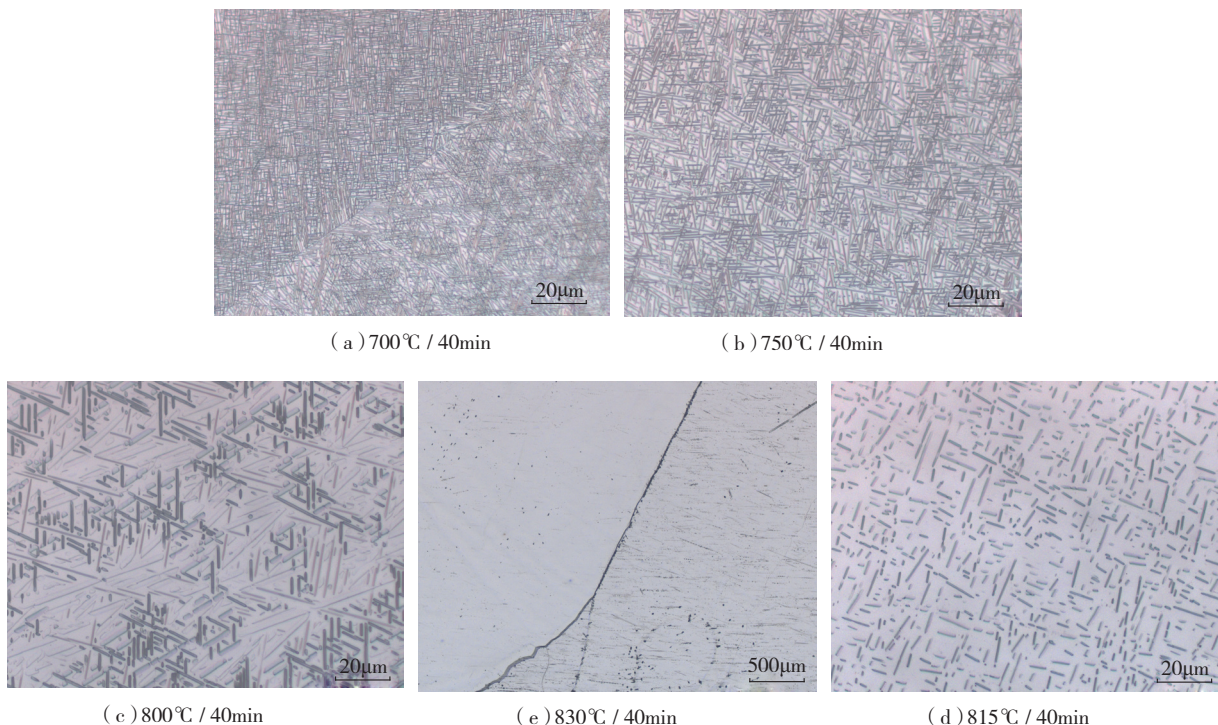


图2 单重退火条件下KTC18的显微组织

Fig.2 KTC18 microstructure under single annealing conditions

生 α 相^[2-5]有较大差异。830℃退火处理后水淬,在 β 基体上未发现存在初生 α 相,见图2(e),表明其相变点低于830℃。

2.1.2 双重退火条件下低温退火对KTC18显微组织的影响

图3为KTC18合金双重退火条件下不同低温退火组织(对应于表1中HT(6)~HT(9)热处理制度)。可见,低温退火后,在 β 基体上析出细小的条状 α 相,呈编织状。时效温度由500℃提高到650℃,条状 α 相长大并呈粗化趋势,长宽比降低。由于没有其他类型的 α 相存在,与锻态组织^[2]相比,在相近温度退火处理后,KTC18中低温 α 析出相的长宽比明显大得多,数量也明显增多。

2.1.3 三重退火条件下中温退火温度对KTC18显微组织的影响

三重退火为TC18锻件推荐的热处理制度,其特点是高温820~850℃,1~3h,炉冷至中温740~760℃,1~3h,空冷+低温500~650℃,2~6h,空冷三重热处理,下文上述3个温度区间分别以高温、中温和低温来表述。

(1) 3重退火条件下高、中温退火后的显微组织。

图4为KTC18在830℃高温退火后分别炉冷到725℃、740℃、755℃、770℃,保温2h后空冷得到的显微组织。因为本论文所用KTC18的 β 相变点低于830℃,

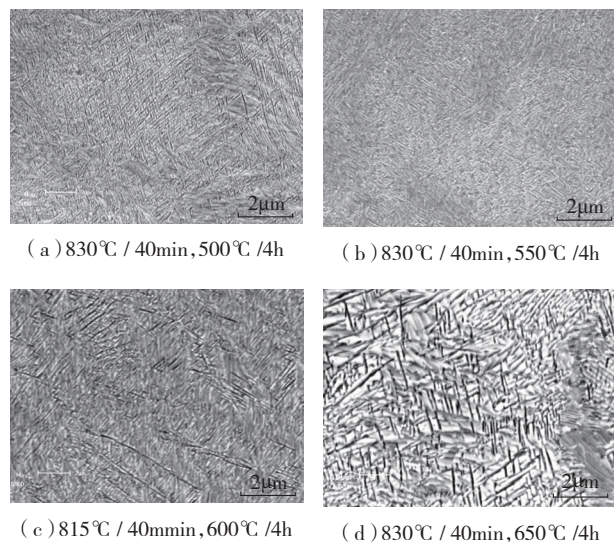


图3 不同时效退火条件下KTC18的显微组织

Fig.3 KTC18 microstructure under different aging annealing conditions

所以不存在初生 α 相。由图4可见,白色衬度的 β 基体上存在一种黑色衬度的、类似竹叶的 α 相,随着炉冷终了温度的提高,竹叶状 α 相尺寸变小、数量变少。这种竹叶状 α 相是在830℃高温退火后炉冷并在725~770℃保温过程中产生的,为区别三重退火过程中产生的 α 相,称这种竹叶状 α 相为一次 α 相。这种竹叶状 α 相的形成及演化规律需要进一步深入研究。

(2) 三重退火显微组织。

图5为三重退火后KTC18显微组织的扫描电镜照片(对应于表1中HT(10)~HT(13)热处理制度)。图中黑色衬度的粗大条状相即为图4中竹叶状一次 α 相的放大。由图5可见,第三重低温退火后,在一次 α 相周围的 β 基体上,析出黑色衬度的细小条状 α 相,相对于竹叶状一次 α 相,称之为二次 α 相。可以看到,在相同低温退火条件下,随第二重中温退火温度升高,在一次 α 相数量减少的同时,二次 α 相析出量和长宽比都增加。这一现象符合相图杠杆定律,即在 α 相析出总量

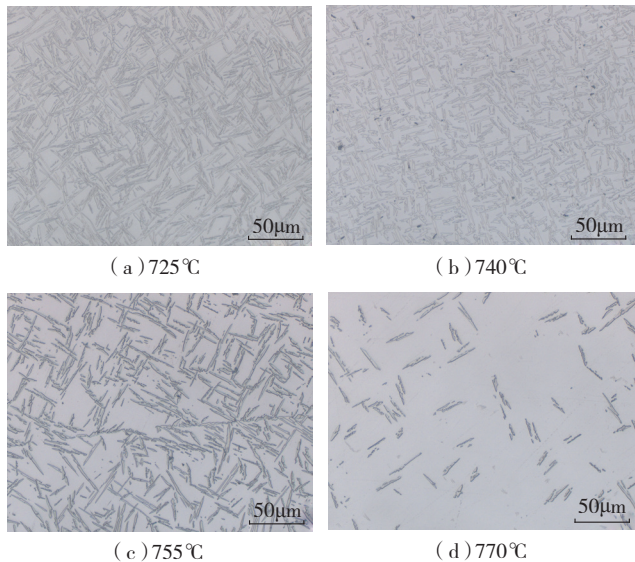


图4 炉冷到不同温度保温后的KTC18显微组织
Fig.4 KTC18 microstructure under different insulation temperatures after furnace cooling

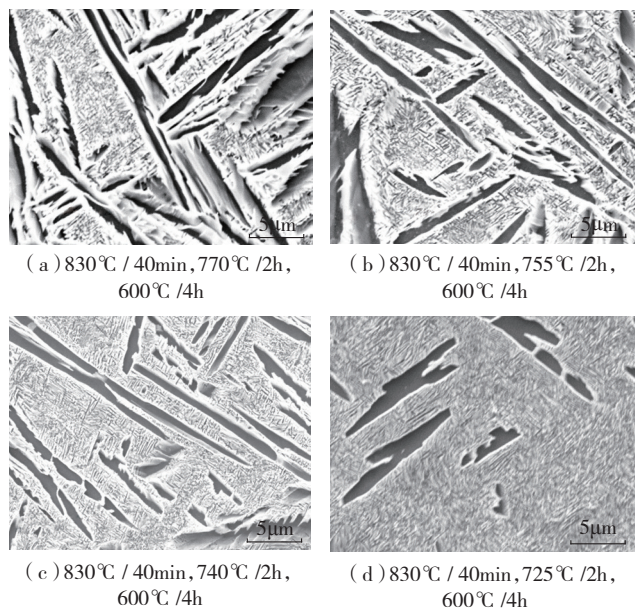


图5 KTC18三重退火后的显微组织
Fig.5 KTC18 microstructure after triplet annealing

一定的情况下,一次 α 相析出量减少,带来二次 α 相析出量的增加。

2.2 显微组织与显微硬度的关联关系

2.2.1 初生 α 相与基体显微硬度

图6为单重退火后KTC18中 β 基体的显微硬度,对应显微组织见图2。由图6可见,随退火温度升高, β 基体显微硬度呈降低趋势。而由图2可知,随着单重退火温度升高,初生 α 相体积分数是降低的,可见在单重退火条件下,初生 α 相体积分数与基体 β 相的显微硬度呈相同的变化趋势。这一现象从材料固溶强化角度不能得到合理解释,这是因为随着初生 α 相体积分数的降低,亚稳 β 基体中的合金化程度尤其是Al元素含量应是提高的,硬度不应降低,因此可能是测量误差所致。对显微硬度计压痕尺寸的测量发现,压痕对角线距离约 $30\mu\text{m}$,较低退火温度下由于存在大量初生 α 相,当初生 α 相之间的间隙(即亚稳 β 相存在区域)接近或小于压痕尺寸时,初生 α 相会参与或约束 β 基体变形,产生细晶和第二相强化效应,导致显微硬度实测值偏高的现象。因为图6中显微硬度(HV)最大值与最小值偏差在15以内,同时考虑到测量误差,基本可以认为在本文单重退火条件下,初生 α 相体积分数对亚稳态 β 基体的显微硬度影响不大。但是,经低温退火后,亚稳 β 基体内会析出细小的低温 α 相,根据相图杠杆定律,相同低温退火条件下,初生 α 相体积分数的降低意味着低温 α 相析出量的增加,因此会导致显微硬度有不同程度增加,在文献[1-2]中也发现了随初生 α 相体积分数的降低材料强度升高的现象。

2.2.2 低温 α 析出相与基体显微硬度

在 $500\sim 650^\circ\text{C}$ 低温退火条件下, β 基体上会析出细小的 α 析出相,图7是双重退火条件下低温退火温度对基体显微硬度影响的关系曲线,比较图7和图6可以看出,低温退火析出的 α 相可使 β 基体显微硬度显著提高;随着低温退火温度升高,次生 α 相长大并粗化,长宽比

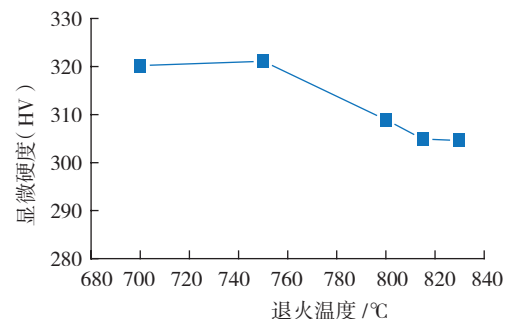


图6 单重退火温度对 β 基体显微硬度的影响
Fig.6 Influences of the single annealing temperature on the β matrix micro-hardness

降低, β 基体显微硬度随之显著降低; 低温退火可显著提高基体显微硬度的现象在图 8 中也非常明显, 其作用机制归因于低温退火过程中细小 α 相的析出而产生的弥散强化效应。随着低温 α 析出相数量减少、尺寸增大, 弥散程度降低, 显微硬度随之降低, 与文献 [1-2,12] 试验结果相近。

2.2.3 一次 α 相与基体显微硬度

由图 4 可知, 在三重退火条件下, 高温退火后中温保温过程中会出现较粗大的竹叶状一次 α 相。图 8 为中温退火温度与 β 基体显微硬度的关系曲线, 可见, 在第三重低温退火前, β 基体的显微硬度 (HV) 在 285~300 之间, 第三重低温退火后, β 基体的显微硬度显著升高, 在 347~370 之间, 两种情况下 725 $^{\circ}$ C、740 $^{\circ}$ C 和 770 $^{\circ}$ C 3 个温度点的显微硬度值非常接近, 由此可以推断中温退火温度对显微硬度的影响不大, 即竹叶状一

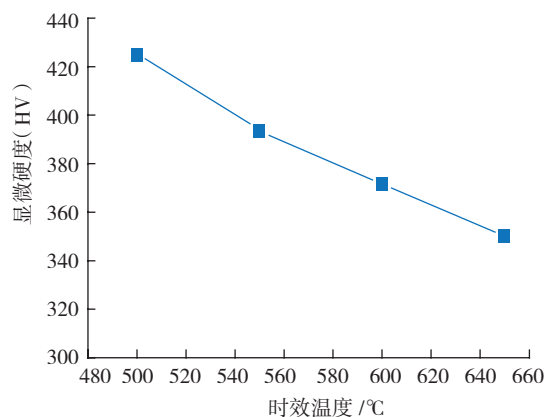


图7 双重退火条件下低温退火对 β 基体显微硬度的影响
Fig.7 Influences of the low annealing temperature on the β matrix micro-hardness under double annealing conditions

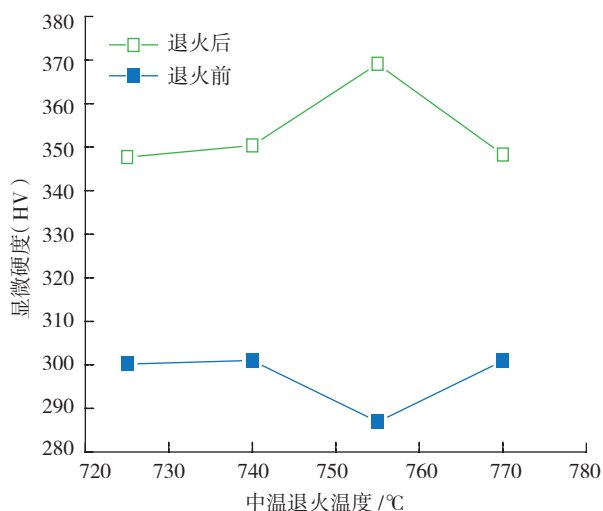


图8 三重退火条件下中温退火对 β 基体显微硬度的影响
Fig.8 Influences of medium annealing temperature on the β matrix micro-hardness under triple annealing conditions

次 α 相对基体显微硬度影响较小。需要注意的是, 在 755 $^{\circ}$ C 附近显微硬度出现一奇异点——第三重低温退火前该点硬度值偏低, 低温退火后硬度值又变得偏高, 相关原因正在进一步研究中。

3 结论

(1) 单重退火条件下, 随着退火温度升高, 初生 α 相体积分数减少, 长宽比降低, 对亚稳态 β 基体显微硬度影响不大。

(2) 双重退火条件下, 低温退火导致细小条状 α 相析出, 使 β 基体显微硬度显著提高; 随着低温退火温度升高, 细小条状 α 相长大、粗化, 弥散强化作用降低, 从而使 β 基体硬度降低。

(3) 三重退火条件下, 第二重中温退火影响竹叶状一次 α 相的析出量、尺寸和形态, 但对 β 基体硬度影响不大; 第三重低温退火过程中同样会析出细小的条状二次 α 相, 导致 β 基体显微硬度显著提高。

(4) 不同种类 α 相呈现此消彼长的关系。粗大的初生 α 和高温一次 α 析出相对 β 基体硬度影响较小, 而低温退火过程中析出的条状细小 α 相可显著提高 β 基体显微硬度, 这种低温 α 析出相尺寸越细小、数量越多, 对 β 基体强化效果越明显。

参考文献

- [1] 娄军, 锁红波, 刘建荣, 等. 电子束快速成型 TC18 钛合金柱状晶组织的拉伸性能. 材料热处理学报, 2012(6):110-115.
- [2] 官杰, 刘建荣, 雷家峰, 等. TC18 钛合金的组织与性能与热处理制度的关系. 材料研究学报, 2009(2):77-82.
- [3] 孟笑影, 庞克昌, 殷俊林. 热处理工艺对 TC18 钛合金组织和性能的影响. 热处理, 2006,21(1):36-43.
- [4] 沙爱学, 李兴无, 王庆如, 等. 热变形温度对 TC18 钛合金显微组织和力学性能的影响. 中国有色金属学报, 2005,15(8):1167-1172.
- [5] 韩栋, 张鹏省, 毛小南, 等. 两种典型热处理工艺对 TC18 钛合金组织性能的影响. 钛工业进展, 2009,26(6):24-26.
- [6] 鲍利索娃 E A. 钛合金金相学. 陈石卿译. 北京: 国防工业出版社, 1986.
- [7] 莱茵斯 C, 皮特尔斯 M. 钛与钛合金. 北京: 化学工业出版社, 2003.
- [8] 陈哲源, 锁红波, 李晋炜. 电子束熔丝沉积快速制造成型技术与组织特征. 制造技术研究, 2010(1):36-39.
- [9] Suo H B, Chen Z Y, Liu J R, et al. Microstructure and mechanical properties. of Ti-6Al-4V fabricated by electron beam rapid manufacturing. Rare Metal Materials and Engineering, 2014,43(4):780-785.
- [10] 陈云霞, 朱妙凤, 姚舜, 等. 三维扫描电子束快速成型技术. 电焊机, 2008,5:16-18,61.
- [11] 张霜银. 激光快速成形 TC4 钛合金的组织与力学性能研究 [D]. 西安: 西北工业大学, 2006.
- [12] 王晓燕, 刘建荣, 雷家峰, 等. 初生及次生 α 相对 Ti-1023 合金拉伸及断裂韧性的影响. 金属学报, 2007,43(11):1129-1137.

(责编 亿霖)