

β/α 转变温度附近恒温处理对铸造 Ti65 合金显微组织的影响

武朋辉¹, 焦海峰^{1, 2}, 汪国栋¹, 岳春华², 周耀忠^{1, 2}, 寇宏超¹

(1. 西北工业大学凝固技术国家重点实验室, 陕西西安 710072; 2. 北京星航机电装备有限公司, 北京 100071)

摘要: Ti65是我国自主研发的一种近 α 型高温钛合金, 作为铸造合金使用时其粗大的片层组织难以通过热等静压和热处理工艺进行调控。本文研究了由 β 单相区冷却过程中在 β/α 转变温度附近940~1 020 °C恒温处理对Ti65合金显微组织的影响。结果表明, Ti65合金经960~1 000 °C/30 min恒温处理后 α 片层出现粗化、碎断现象, 形成由粗化、碎断的 α 片层及细片层组成的“特殊双态组织”, 其中, α 片层的粗化、碎断发生在高温保温期间, 而细 α 片层则是在随后的冷却过程中形成。960 °C/30 min恒温处理后 α 片层的粗化、碎断最为明显; 940 °C和1 020 °C恒温处理过程中片层形貌特征基本不变, 仅发生片层厚度的改变。该工作可为调控铸造钛合金的粗大片层组织提供新的思路。

关键词: Ti65合金; 片层组织; 恒温处理; 特殊双态组织

作者简介:

武朋辉(1997-), 男, 硕士生, 主要从事钛合金铸造技术研究。E-mail: 13043026724@163.com

通讯作者:

寇宏超, 男, 教授, 博士生导师。电话: 13772046589, E-mail: hchkou@nwpu.edu.cn

中图分类号: TG146.2⁺3;
TG113.1

文献标识码: A

文章编号: 1001-4977(2024)12-1680-06

基金项目:

西北工业大学凝固技术国家重点实验室开放课题(SKLS202201); 陕西省创新能力支撑计划(2023-CX-TD-47); 西北工业大学特色学科项目(G2022WD)。

收稿日期:

2023-12-11 收到初稿,
2024-01-05 收到修订稿。

Ti65合金是我国自主研发的一种近 α 型高温钛合金^[1], 在航空发动机热端部件具有重要的应用前景^[2]。铸造是具有复杂内腔结构最经济有效的成形方法^[3], 但Ti65等近 α 型钛合金在铸造时开裂问题严重, 同时粗大的片层组织也导致塑性和疲劳性能较低^[4]。在热等静压的基础上, 退火和固溶时效是调控铸造钛合金粗大片层组织、改善力学性能较常见的方法。研究表明, 750 °C/2 h退火可使铸造钛合金 β 板条发生部分溶解^[5], 但随着退火温度升高, 初生 α 片层溶解, β 板条中次生 α 片层厚度和体积分数增大^[6]。另外, 退火及固溶后的冷速显著影响 α 片层厚度和片层团尺寸^[7-8], 随着冷速的增大, α/β 板条厚度以及片层团尺寸均有所下降, 片层排列方式由空冷时的束集排列转变为水冷时随机片状排列^[9]。张守银等人研究发现, ZTC4合金凝固过程中在950~970 °C温度区间恒温处理后, 可以得到碎断、球化的粗片层组织和细片层束集组成的特殊双态组织, 同时也发现这种“特殊双态组织”的存在改善了合金的塑形^[10]。为此, 本文以热等静压态的Ti65合金为对象, 研究合金自 β 单相区冷却至 β/α 转变温度附近恒温处理对片层组织特征的影响, 并探讨组织演化机理, 期望为近 α 型铸造钛合金的片层组织调控提供新的思路。

1 材料与方法

试验材料取自热等静压后的Ti65合金铸造试棒, 其化学成分如表1所示, 热等静压工艺为970 °C/150 MPa/3 h, 金相法测得该合金的 β/α 转变温度在1 015~1 020 °C范围内。恒温处理试验在VL2000DX型超高温激光共聚焦原位显微镜上进行, 具体

表1 铸造Ti65合金试棒的化学成分
Table 1 Chemical composition of cast Ti65 alloy test bars

	Ti	Al	Sn	Zr	Mo	Si	Nb	Ta	O	Fe
含量	余量	6.49	1.60	4.93	0.60	0.49	0.80	1.93	0.07	0.013

过程如下：从Ti65合金试棒上切取 $\Phi 6\text{ mm} \times 3\text{ mm}$ 的圆柱试样，打磨清洗干净后放置于工作室的氧化铝坩埚内，将工作室抽真空后通入一定量的氩气，调节镜头使物象清晰，然后使用精度为 $\pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ 的热电偶对其进行测温。将试样以 $100\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率加热至 $1\ 500\text{ }^\circ\text{C}$ 保温 10 min ，使其完全转变为 β 相，然后以 $120\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率冷却至 $940\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $960\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $980\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $1\ 000\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $1\ 020\text{ }^\circ\text{C}$ （ β/α 转变温度附近）保温 30 min ，然后以 $120\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率冷却到室温。为了分析恒温处理过程中片层的演化规律，采用相同的工艺对于冷却到 $960\text{ }^\circ\text{C}$ 的试样分别进行了 10 min 、 20 min 、 30 min 恒温处理。同时对冷却到 $960\text{ }^\circ\text{C}$ 恒温处理不同时间后的试样淬火保留高温组织特征，进一步探讨“特殊双态组织”形成机理。另外，把以 $120\text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 的速率从 $1\ 500\text{ }^\circ\text{C}$ 直接冷却到室温的样品与恒温处理样品进行对比分析。采用 $80\sim 3\ 000$ 目的砂纸对上述样品进行研磨，然后使用按照 60% 的甲醇、 35% 的正丁醇、 5% 的高氯酸的比例配制的电解液进行抛光，温度控制在 $0\sim 10\text{ }^\circ\text{C}$ ，电压为 35 V ，时间为 15 s 。利用场发射扫描电镜（SEM，Tescan Clara GMH）分析试样的微观组织，使用Image-Proplus6.0测

量和定量分析 α 相的尺寸和体积分数，使用EDS分析特殊双态组织中的元素分布。

2 结果与讨论

2.1 恒温处理温度对 α 片层特征的影响

图1给出了Ti65合金从 $1\ 500\text{ }^\circ\text{C}$ 直接冷却到室温，以及在 $940\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $960\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $980\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $1\ 000\text{ }^\circ\text{C}$ 、 $1\ 020\text{ }^\circ\text{C}$ 分别保温 30 min 后再冷至室温的组织特征。可以看出，Ti65合金直接冷却至室温获得典型的魏氏组织，如图1a，但在 $960\sim 1\ 000\text{ }^\circ\text{C}$ 保温 30 min 后显微组织发生了明显变化， α 片层出现粗化、碎断现象，形成了由粗化、碎断的 α 片层和细 α 片层组成的特殊双态组织，如图1c~e，其中， $960\text{ }^\circ\text{C}$ 保温 30 min 后 α 片层的粗化、碎断最为明显。这种特殊双态组织与直接冷却至室温获得的典型魏氏组织明显不同，粗片层不规则，有碎断的倾向，并且在粗片层之间分布着由细片层组成的小 α 集束。值得注意的是， $940\text{ }^\circ\text{C}$ 和 $1\ 020\text{ }^\circ\text{C}$ 保温 30 min 后不改变片层组织的形貌特征，只发生片层厚度的改变，如图1b、1f。

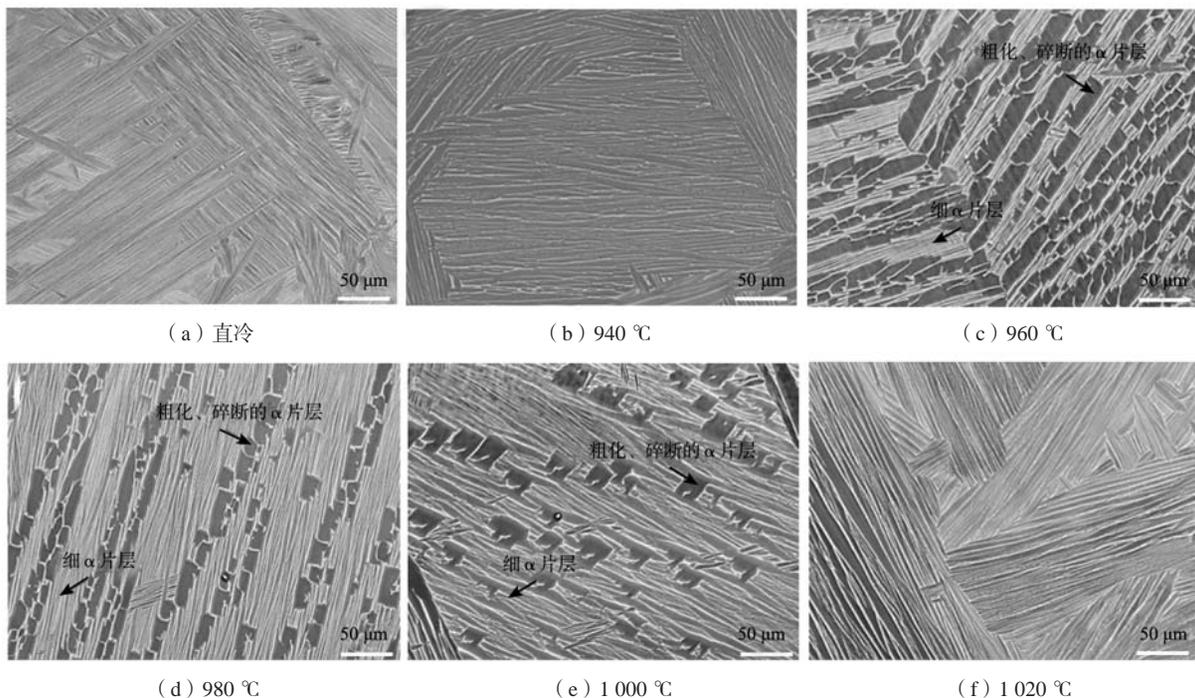


图1 恒温处理温度对Ti65合金 α 片层特征的影响

Fig. 1 Effect of constant temperature treatment temperature on Ti65 alloy α lamellae characteristics

不同温度恒温处理后分别选择10张 $1\ 000$ 倍的SEM图片进行片层特征统计，由此得到了Ti65合金 $960\sim 1\ 000\text{ }^\circ\text{C}$ 恒温处理 30 min 后 α 片层厚度和体积分数

的变化，如图2所示。可以看出，随着恒温处理温度由 $960\text{ }^\circ\text{C}$ 升高至 $1\ 000\text{ }^\circ\text{C}$ ，初生 α 片层厚度逐渐增加，体积分数逐渐减小，在 $1\ 000\text{ }^\circ\text{C}$ 保温 30 min 后，初生 α 片

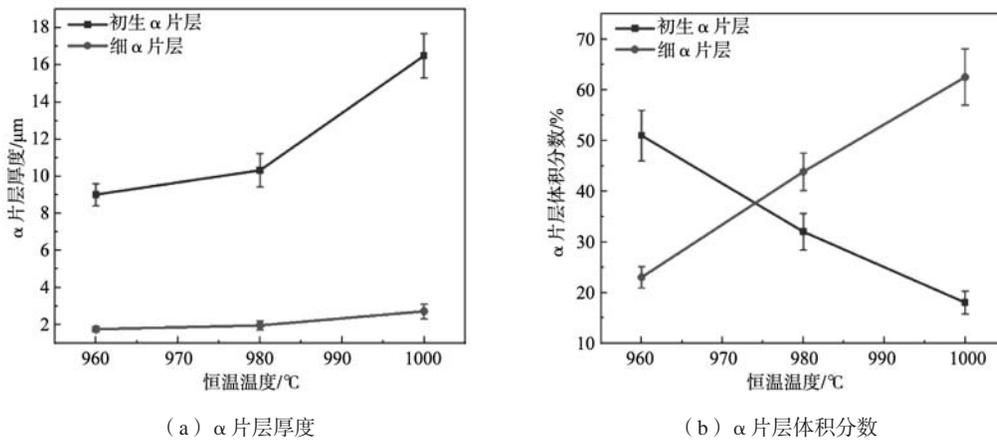


图2 恒温处理温度对 α 片层厚度及体积分数的影响
Fig. 2 The effect of constant temperature treatment temperature on α lamellae thickness and volume fraction

层的厚度达到了 $16.5 \mu\text{m} \pm 2 \mu\text{m}$ ，但体积分数减少到了 $18\% \pm 3\%$ ；另外，随着恒温处理温度的升高，细片层的厚度略有增加，但体积分数增加明显，由 $23\% \pm 2\%$ 增加到 $62\% \pm 5\%$ 。

2.2 恒温处理时间对 α 片层特征的影响

图3为Ti65合金冷却到960 °C恒温过程中 α 片层特征的变化。可以看出，当Ti65合金在960 °C保温10 min后， α 片层出现粗化和碎断现象，随着保温时间的延长，初生 α 片层粗化、碎断程度增加，伴随着初生 α 片层的宽度增大，恒温处理20 min后初生 α 片层的宽度

达到了 $5.83 \mu\text{m} \pm 1 \mu\text{m}$ ，呈现特殊双态组织特征。

2.3 特殊双态组织的形成机理

为了分析 β/α 转变温度附近恒温处理后 α 片层的粗化、碎断机理，将960 °C保温10 min、20 min、30 min后的样品淬火至室温保留高温组织特征，如图4所示。发现淬火组织中出现了与图1c、图3b、图3c相似的 α 片层粗化、碎断特征，但几乎没有发现细片层。因此可以推断， α 片层的粗化、碎断发生在 β/α 转变温度附近恒温处理过程中，但细片层的形成发生在随后的冷却过程中。

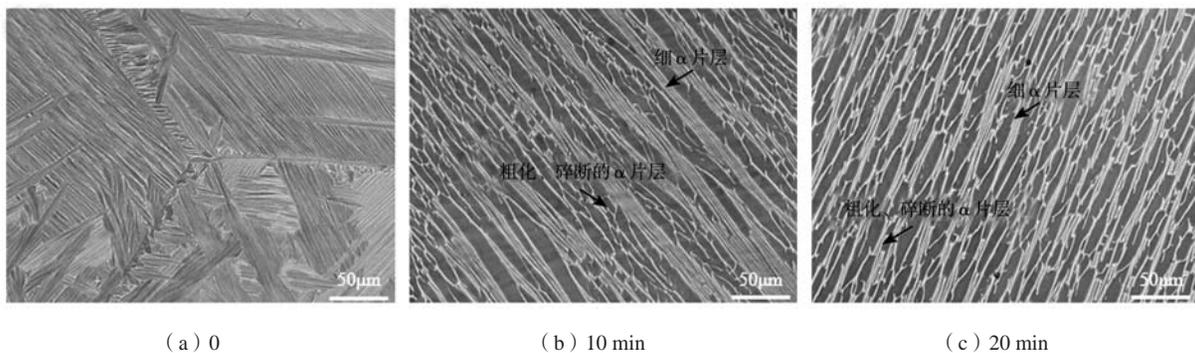


图3 960 °C恒温不同时间对Ti65合金 α 片层特征的影响
Fig. 3 Effect of 960 °C constant temperature different time on Ti65 alloy α lamellae characteristics

Gil等人认为，钛合金冷却过程中 β 相的分解有两种机制：一种是通过形核和生长的扩散机制，另一种是通过马氏体转变的机制^[11]。本文Ti65合金冷却过程中在960~1 000 °C恒温处理时， α 片层的生长由扩散机制主导，随着恒温处理温度的升高，初生 α 片层明显粗化，并部分发生碎断。Ardell等人认为，界面面积的减少是片层 α 粗化的驱动力^[12]，因此，当溶质原子从小

颗粒转移到大颗粒时，伴随生长的能量也随之减少。本文中初生 α 片层在恒温处理中的缓慢粗化是一个扩散过程，溶质原子从片层终端迁移到平面界面，导致终端尖端溶解以及相邻片层增厚，这是导致片层 α 发生粗化并呈现不规则形态的原因。初生 α 片层厚度随着恒温处理温度和时间增加而增大，主要是原子扩散引起的。

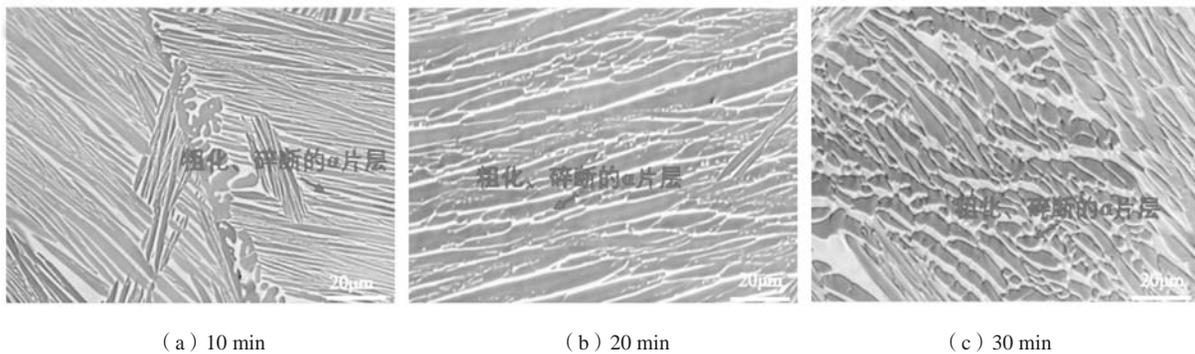


图4 960 °C保温不同时间后淬火的组织特征

Fig. 4 Microstructure characteristics of quenching after holding at 960 °C for different times

与直接冷却至室温获得平直的 α 片层相比, Ti65合金经960~1 000 °C恒温处理后, α 片层界面变得极不规则, 甚至碎断球化后出现 α 颗粒, 这种 α 片层不规则的界面和 α 颗粒是高温下界面前沿的溶质扰动造成的^[13]。 β/α 转变温度附近恒温会导致 β/α 相转变过程中界面处的溶质迁移和扰动, 一旦溶质扰动破坏了平直界面, β/α 相界面前沿就会出现小曲率半径的片层终端, 使得 α 片层逐渐变得不再平直, 当溶质扰动达到一定程度时, β/α 相界面的曲率半径不断增大, 可能会击穿片层导致 α 片层碎断形成 α 颗粒^[14]。另外, 由于体扩散在溶质传输过程中占据主导地位, 通过Ostwald熟化, α 片层的厚部分以薄部分为代价进一步粗化, 不规则的片状 α 倾向于分解成 α 颗粒。

张守银等人评估了Ti-6Al-4V魏氏组织中的Al和V

含量, 他们发现, α 稳定元素Al含量从板条的中心向 β 相逐渐减少, 而 β 稳定元素V含量沿相同方向增加^[15]。表2给出了图1c中粗化、碎断的 α 片层和细 α 片层中的溶质元素分布特征。可以看出, 在960 °C恒温处理过程中, 随着初生 α 相的形核和生长, Al、Sn、Zr等元素固溶于初生 α 片层中, 而Mo、Si等 β 稳定化元素从初生 α 相中被排斥到残留的 β 基体中, 导致在 α 片层边界和 β 基体中Mo和Si元素的浓度较高。在随后的冷却过程中, 保留的 β 基体进一步转化成细小的 α 片层, 导致细 α 片层中Mo、Si含量远高于初生 α 片层碎断形成的 α 片层。另外, 由于初生 α 片层较为分散, 进一步抑制了 α 集束的生长, 导致获得了大量由细片层组成的较小的 α 集束。

表2 特殊双态组织中不同 α 片层的元素分布Table 2 The element distributions of different α lamellae in special bimodal organizations w_B /%

α 片层	元素							
	Ti	Al	Sn	Zr	Mo	Nb	Ta	Si
粗 α 片层	余量	9.78	0.74	2.26	0.11	0.19	0.49	1.16
细 α 片层	余量	11.63	0.69	1.84	0.16	0.19	0.50	1.45

2.4 特殊双态组织的形成模型

Ti65合金冷却过程中在960~1 000 °C保温后获得了由粗化、碎断的 α 片层以及由细片层构成的 α 集束组成的“特殊双态组织”, “特殊双态组织”的形成机制如图5所示。Ti65合金冷却过程中首先形成三角(β)晶界; 随着温度进一步降低, 当冷却到相变点附近时, α 片层开始从晶界和晶内析出, 并不断形核、生长; 在960~1 000 °C保温过程中, 在末端迁移机制以及Ostwald熟化效应的综合作用下, α 片层发生粗化、碎断现象; 恒温处理后进一步冷却过程中, 由于残留 β 基体中Mo、Si等稳定化元素含量较高导致相

变温度进一步降低, 同时前期形成的大量且分散的初生 α 片层提供了大量的形核位点, 从而获得了大量由细片层组成的较小的 α 集束。由此得到了由粗化、碎断的 α 片层以及由细片层构成的较小的 α 集束组成的“特殊双态组织”。

3 结论

(1) Ti65合金自 β 单相区冷却过程中在960~1 000 °C恒温处理30 min后, 获得了一种由粗化、碎断的 α 片层和细片层组成的特殊双态组织, 其中960 °C保温

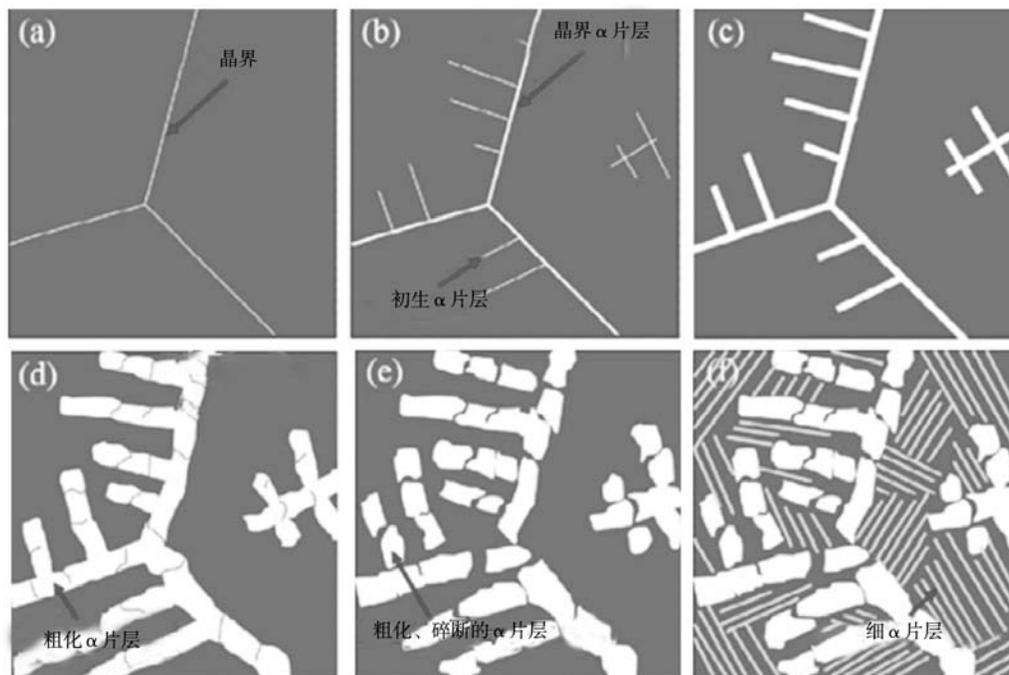


图5 特殊双态组织的形成机制示意图

Fig. 5 Schematic diagram of the formation mechanism of special bimodal organizations

30 min后 α 片层的粗化、碎断现象最明显。特殊双态组织中， α 片层的粗化、碎断发生在960~1 000 °C的恒温处理过程中，而细片层则是在随后的冷却过程残余 β 基体的分解形成的。

(2) 随着960~1 000 °C恒温处理温度的升高，Ti65合金初生 α 片层的厚度逐渐增大，体积分数逐渐减小；随着恒温处理时间的延长，初生 α 片层粗化、碎断的趋势逐渐增大。

参考文献:

- [1] WILLIAMS J C, STARKE E A. Progress in structural materials for aerospace systems [J]. Acta Materialia, 2003, 51 (19) : 5775-5799.
- [2] 赵丹丹. 钛合金在航空领域的发展与应用 [J]. 铸造, 2014, 63 (11) : 1114-1117.
- [3] 冉兴, 吕志刚, 曹建, 等. 大型复杂钛合金铸件熔模精密铸造技术 [J]. 铸造, 2021, 70 (2) : 139-146.
- [4] 王清江, 刘建荣, 杨锐. 高温钛合金的现状与前景 [J]. 航空材料学报, 2014, 34 (4) : 1-26.
- [5] 朱郎平, 李建崇, 莫晓飞, 等. 热等静压及退火对铸造TG6钛合金组织和拉伸性能的影响 [J]. 机械工程材料, 2017, 41 (2) : 106-111.
- [6] 张文婧, 宋晓云, 惠松骁, 等. 单级退火对BTi-6431S合金组织和力学性能的影响 [J]. 中国有色金属学报, 2013, 23 (6) : 1530-1535.
- [7] MAHENDER T, PADMANABAN M, BALASUNDER I, et al. On the optimization of temperature and cooling rate to maximize strength and ductility of near alpha titanium alloy IMI 834 [J]. Materials Science and Engineering A, 2021, 827: 80-92.
- [8] HUANG Zhirong, XIAO Han, YU Jiabin, et al. Effect of different annealing cooling methods on the microstructure and properties of TA10 titanium alloys [J]. Journal of Materials Research and Technology, 2022, 18: 4859-4870.
- [9] YUE Ke, LIU Jianrong, ZHU Shaoxiang, et al. Origins of different tensile behaviors induced by cooling rate in a near alpha titanium alloy Ti65 [J]. Materialia, 2018, 1: 128-138.
- [10] ZHANG Shouyin, LI Jinshan, KOU Hongchao, et al. Microstructure evolution of isothermal holding treatment during melt solidification of Ti-6Al-4V alloy [J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2015, 25 (4) : 1091-1096.
- [11] GIL F J, GINEBRA M P, MANERO J M, et al. Formation of a-widmanstatten structure: effects of grain size and cooling rate on the widmanstatten morphologies and on the mechanical properties in Ti6Al4V alloy [J]. Journal of Alloys and Compounds, 2001, 329: 142-

- 152.
- [12] ALAN E, ARDELL J. Microstructural stability at elevated temperatures [J]. Journal of the European Ceramic Society, 1999, 19: 2217-2231.
- [13] STEFANSSON N, SEMIATIN S L. Mechanisms of globularization of Ti-6Al-4V during static heat treatment [J]. Metallurgical and Materials Transactions, 2003, 34: 691-698.
- [14] SHARMA G, RAMANUJAN R V, TIWARI G P. Instability mechanisms in lamellar microstructures [J]. Acta Materialia, 2000, 48: 875-889.
- [15] ZHANG Shouyin, LI Jinshan, KOU Hongchao, et al. Effects of thermal history on the microstructure evolution of Ti-6Al-4V during solidification [J]. Journal of Materials Processing Technology, 2015, 15: 66-82.

Effect of Constant Temperature Treatment Near the Transition Temperature of β/α on the Microstructure of Cast Ti65 Alloy

WU Peng-hui¹, JIAO Hai-feng^{1,2}, WANG Guo-dong¹, YUE Chun-hua², ZHOU Yao-zhong^{1,2}, KOU Hong-chao¹
(1. State Key Laboratory of Solidification Technology, Northwestern Polytechnical University, Xian 710072, Shannxi, China; 2. Beijing Xinghang Electromechanical Equipment Corporation, Beijing 100071, China)

Abstract:

Ti65 is a near α high-temperature titanium alloy independently developed in China. When used as a casting alloy, its coarse lamellar structure is difficult to control through hot isostatic pressing and heat treatment processes. This article investigated the effect of constant temperature treatment from the single-phase zone cooling to 940~1 020 °C of near the transition temperature of β/α on the microstructure of Ti65 alloy. The results showed that the α lamellae in Ti65 alloy was coarsened and fragmented after constant temperature treatment at 960~1 000 °C /30 min, forming a "special bimodal microstructure" consisting of coarsened and fragmented α lamellae and fine α lamellae. The coarsening and fragmentation of α lamellae occurred during the high temperature holding period, while the fine α lamellae were formed during the subsequent cooling process. The most obvious coarsening and fragmentation of the α lamellae occurred after 960 °C /30 min constant temperature treatment, while the morphological characteristics of the lamellae remained basically unchanged during the constant temperature treatments at 940 °C and 1 020 °C, with only the thickness of the lamellae being altered. This work could provide new ideas for regulating the coarse and large layer structure of cast titanium alloys.

Key words:

Ti65 alloy; lamellar microstructure; constant temperature treatment; special bimodal microstructure