

细晶 TC4 丝材的退火组织与性能

毛江虹, 曹继敏, 杨华斌

(西北有色金属研究院 西安赛特金属材料开发有限公司, 西安 710021)

摘 要: 钛合金 TC4 丝材经多道次拉拔后, 可得到细晶组织, 具有良好的综合性能。研究了 700~900 °C 区间退火的直径为 2.6 mm TC4 丝材的组织与性能。研究结果表明: TC4 合金丝材晶粒粒径为 1~5 μm , 细晶强化作用使 TC4 合金丝材经 700 °C 退火后具有最高的强度和较好的塑性。随着退火温度的升高, 丝材的硬度和强度逐渐降低。达到 900 °C 时, 由于二次 α 相的析出, 硬度和强度有所回升。材料的塑性先升后降, 在 750~800 °C 温度区间退火可以达到最优的综合性能。

关键词: TC4 丝材; 细晶; 退火; 显微组织; 力学性能; 强化机理

中图分类号: TG 115.28-5

文献标志码: A

Annealing microstructure and properties of fine-grained TC4 wire

MAO Jiang-hong, CAO Ji-min, YANG Hua-bin

(Xi'an Saite Metal Materials Development Co., Ltd., Northwest Institute for Nonferrous Metal Research,
Xi'an 710021, China)

Abstract: The microstructure of Ti-6Al-4V (TC4) titanium alloy wire is fined and optimal performance can be obtained by drawing. Annealed in the temperature range from 700 °C to 900 °C, the microstructure and properties of TC4 wire of 2.6 mm were investigated. The results show that the grain size is about 1 to 5 μm . At 700 °C, TC4 wire is provided with the highest strength and good plasticity strengthened by the fine-grain. As the annealing temperature increases, the hardness and strength of the wire are gradually reduced. The hardness and strength of the TC4 wire are rebounded with the secondary α phase precipitation at 900 °C. The plasticity of the material first increases and then decreases. In the annealing temperature range from 750 °C to 800 °C, the TC4 wire can achieve optimal performance.

Key words: TC4 wire; fine grain; annealing; microstructure; mechanical properties; strengthening mechanism

随着钛加工工艺的稳定成熟, 产业规模不断扩大, 钛材品质提高的同时, 成本有所下降。钛材比强度高、耐腐蚀、生物相容性好等特点符合电器、仪表等小型化、智能化、环保等多方面的需求, 日益成为电子装置用金属材料的高端选择。

Ti-6Al-4V 合金属于中等强度, 典型的马氏体 $\alpha+\beta$ 型两相钛合金^[1]。该合金主要在退火状态下使用, 目的是为了得到稳定、强度塑性良好配合的 $\alpha+\beta$ 组织。在退火状态下, 合金中含有约 7% 的 β 相, 属于等轴

组织, 具有良好的可加工性。王金友等^[1-4]研究了 TC4 合金不同热处理制度下的组织转变及力学性能, 为该合金的研究提供了重要的理论基础和数据参数。目前, 晶粒细化是 TC4 合金研究的一个主要方向。PATANKAR 等^[5]研究了具有细晶组织的 TC4 合金板材的超塑性行为, 马铁军等^[6]指出焊缝超细晶组织具有高断裂应力, 使得 TC4 合金线性摩擦焊接头具有优良的冲击韧性。经过多道次拉拔的 TC4 合金丝材也可以获得细晶组织, 但关于细晶丝材的 TC4 合金退火组

织与性能较少报道。本文作者选用直径为 2.6 mm 的丝材作为研究对象,观察和测试不同温度退火的显微组织与性能,讨论合金的细晶强化作用及组织与性能的内在关系。

1 实验

1.1 TC4 合金丝材的制备

实验所用 TC4 钛合金采用真空自耗电弧炉二次熔炼,合金的 β 转变温度为 990 °C。对铸锭扒皮、切冒口、取样分析化学成分后,置于 1 000~1 100 °C 温度区间开坯锻造,850~950 °C 的 $\alpha+\beta$ 两相温区锻造及轧制成直径为 8 mm 的棒材。轧条经过扒皮、表面氧化处理后,在 ϕ 1 500 mm 的拉丝机上于 550~750 °C 温区进行多道次拉拔至直径为 2.6 mm 的丝材。

1.2 热处理制度及试验方法

对直径为 2.6 mm 的 TC4 丝材进行退火处理,退火制度为:650、700、750、800、850、900 °C,分别保温 30 min 后空冷。从退火态丝材分别取样,在 Instron-1196 拉伸试验机上进行力学拉伸,测试夹头位移速率为 1 mm/min。用 OLYMPUS MPG3 金相显微镜和 JSM-6460 型扫描电镜(SEM)对合金进行显微组织观察。

2 结果与讨论

2.1 退火态 TC4 丝材的显微组织

TC4 合金 ϕ 8 mm 轧条与 ϕ 2.6 mm 丝材的金相组织如图 1 所示,均为 $\alpha+\beta$ 两相组织。图 1(a)所示为经两相温区锻造、轧制大变形量塑性变形得到的 ϕ 8 mm 轧条的退火组织,可以观察到 α 相已没有完整的晶界,残留的 β 相呈弯曲、断续的线条分布。图 1(b)所示为多道次拉拔后 ϕ 2.6 mm 丝材的金相组织,残留的 β 相呈弥散的点状分布于 α 相基体上。两者的区别主要在于残留 β 相的形貌发生了明显的变化:由较长的线条状转变为细小的点状分布。表明轧条组织在后续的拉拔过程中被进一步破碎、细化,呈点状分布的残留的 $\beta+\alpha$ 两相组织成为 TC4 合金丝材的特有显微组织。

图 2 所示为 TC4 钛合金 ϕ 2.6 mm 丝材在不同温度退火处理的 SEM 照片。图 2(a)所示为退火前的 SEM 照片,属于变形组织,残留 β 相细小,大小为 1 μ m 左右的变形的细线条。从图 2(b)~(f)可以看出 TC4 钛

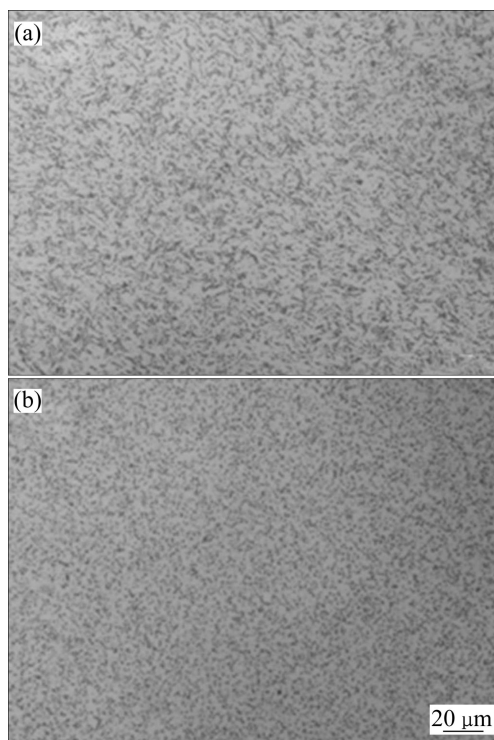


图 1 TC4 ϕ 8 mm 轧条与 ϕ 2.6 mm 丝材的显微组织

Fig. 1 Optical microstructure of TC4 ϕ 8 mm bar and ϕ 2.6 mm wire: (a) ϕ 8 mm bar; (b) ϕ 2.6 mm wire

合金丝材随着退火温度的变化而发生的组织与相的转变:TC4 在较低温度 700~800 °C 下退火时(见图 2(b)~(d)),其显微组织是由 α 相和 β 相组成的细小等轴组织。与退火前的组织相比,晶粒发生了回复与再结晶,随温度的升高晶粒长大不明显。在 850 °C 退火时,邻近的 β 相聚集长大, β 相的含量明显增加。 α 相也长大,并趋于等轴化(图 2(e))。随着退火温度的进一步升高到 900 °C, β 相进一步长大,并在其内部析出二次 α 相(图 1(f)), α 相出现较完整晶界, β 相的含量可达 30%以上,同时也表明该温度已处于 TC4 钛合金的 β 相转变温度以下的较高温度。

从图 2 中可以看出:晶粒尺寸很小,基本在 1~5 μ m 之间,尤其在 700~800 °C 退火时,残留的 β 相的粒径在 1~3 μ m 之间。对应图 1(a)中 TC4 合金 ϕ 8 mm 轧条晶粒的粒径为 10 μ m 左右。表明 TC4 合金丝材的显微组织经拉拔变形后非常细小,呈点状分布的残留的 $\beta+\alpha$ 两相晶粒粒径在 1~3 μ m 之间。

2.2 退火态 TC4 丝材的力学性能

700~900 °C 退火后 TC4 钛合金丝材室温力学性能的变化趋势见图 3。

由图 3 可以看出:TC4 钛合金丝材在 700~900 °C

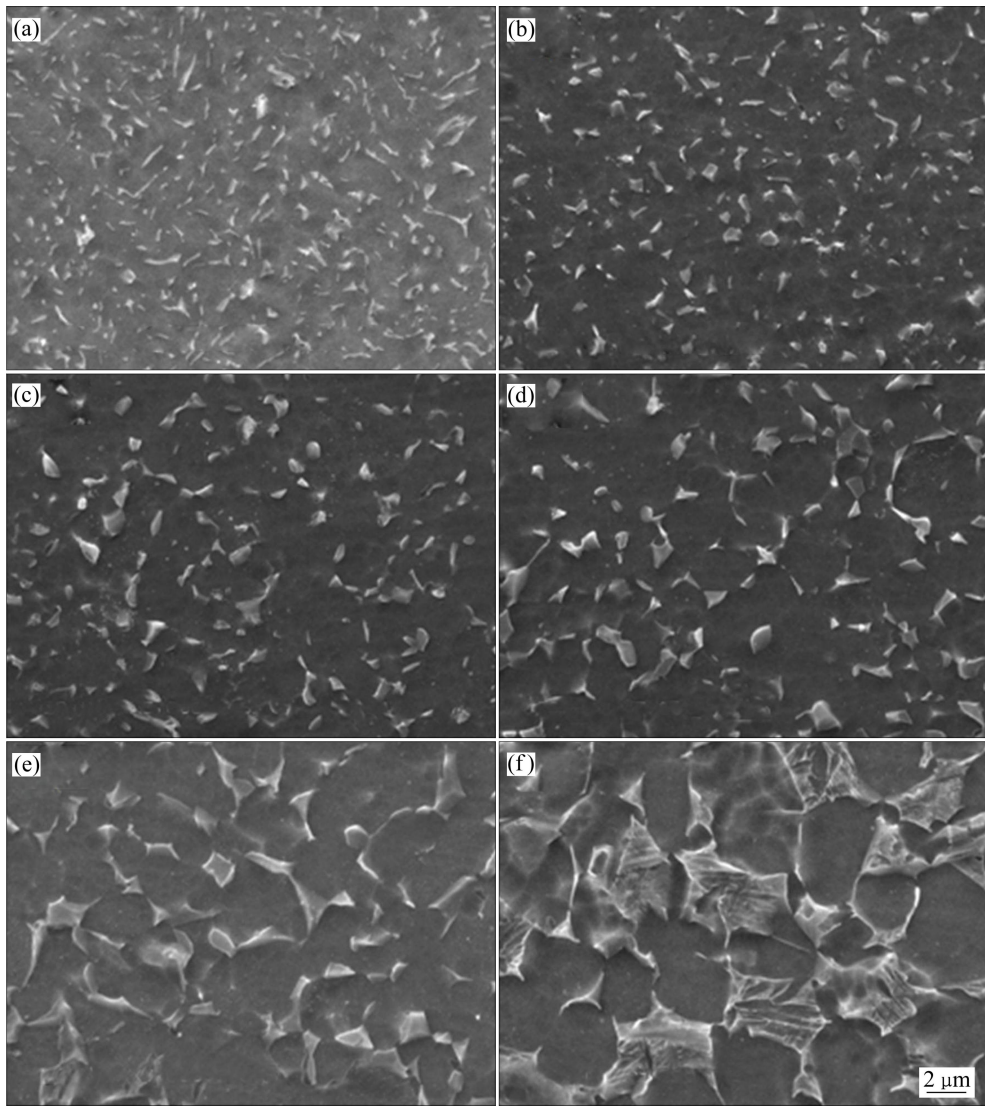


图 2 700~900 °C退火后 TC4 *d* 2.6 mm 丝材的 SEM 照片
Fig. 2 SEM images of annealed TC4 *d* 2.6 mm wire at 700–900 °C: (a) Before heat treatment; (b) 700 °C; (c) 750 °C; (d) 800 °C; (e) 850 °C; (f) 900 °C

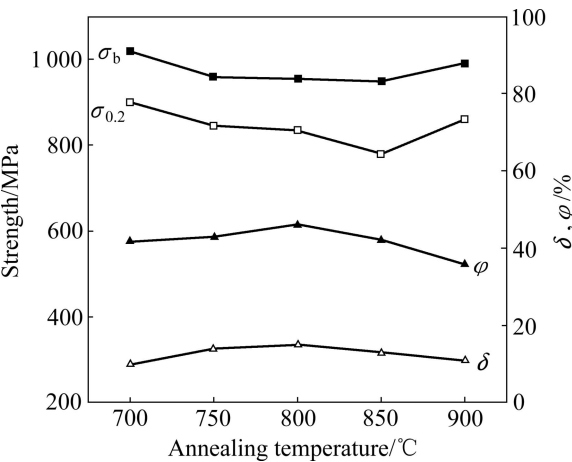


图 3 700~900 °C退火后 TC4 丝材的力学性能
Fig. 3 Mechanical properties of TC4 wire annealed at 700–900 °C

的退火温度范围内, 随着退火温度的升高, 呈现强度指标呈先降后升, 塑性指标先升后降的趋势。抗拉强度 σ_b 的变化相对平稳, 经 750 °C 退火后合金的强度比 700 °C 的强度明显降低, 但在 750~850 °C 退火温度之间变化不大, 900 °C 退火后强度略有上升。屈服强度 $\sigma_{0.2}$ 逐渐降低, 在 850 °C 附近出现了的最低强度, 其值约 780 MPa。900 °C 退火强度有较大上升。另外, 塑性指标 700~800 °C 退火温度之间呈上升趋势, 800~900 °C 退火呈下降趋势。断面收缩率 ϕ 在 800 °C 退火时达 45%。伸长率 δ 随退火温度的提高逐渐增大后趋于平稳。由图 3 可以得出: 当退火温度为 750~800 °C 时, TC4 钛合金丝材综合力学性能较好。

700~900 °C 退火后 TC4 钛合金丝材硬度的变化趋势见图 4。

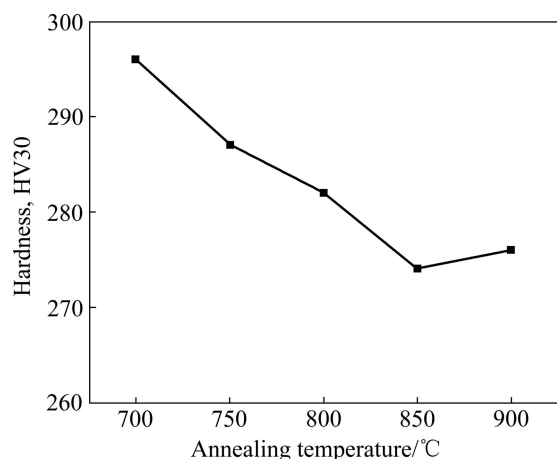


图4 700~900 °C退火后 TC4 丝材的硬度

Fig. 4 Hardness of TC4 wire annealed at 700–900 °C

由图4可以看出: TC4 钛合金丝材在 700~900 °C 的退火温度范围内, 随着退火温度的升高, 硬度指标呈现先降后升的趋势。在 850 °C 附近出现了最低硬度, 其值约 HV 272。随后在 900 °C 退火后硬度略有上升。

2.3 拉拔变形对 TC4 合金晶粒的细化

钛合金晶粒细化可以通过热处理、热加工、添加元素等方法实现。黄辉^[7]采用高温形变热处理细化 TC4 钛合金组织。ZENG 等^[8]根据晶体理论分析了 Ti-6Al-4V 丝材内部纤维织构及固溶时效处理过程中合金内部 α 、 α' 、 α'' 与 β 的转变, 采用挤压加工方法细化合金组织, 达到强化效果。OBASI 等^[9]采用原位中子衍射方法分析了含有 0.4% 钒的 Ti-6Al-4V 合金的相转变, 指出在 β 相转变温度以上, 添加元素钒限制了 β 相的增大, 在 $\alpha+\beta$ 两相区温度观察, 钒具有细化组织的作用。对于 $\alpha+\beta$ 型两相钛合金, 细化晶粒的关键在于抑制 β 相的增长, 同时限制或减小了初生 α 相及分解析出 α 相的尺寸, 达到弥散、细小、均匀分布的 $\alpha+\beta$ 两相组织。

Ti-6Al-4V 合金属于 Ti-Al-V 系典型的马氏体 $\alpha+\beta$ 型两相钛合金, 在退火状态下, 合金中含有约 7% 的 β 相。从晶体结构分析, α -Ti 为密排六方点阵, β -Ti 为体心立方点阵。多晶体的塑性变形特点主要是各晶粒变形的不同时性及相互协调性, 密排六方的滑移系较少, 很难使晶粒的变形彼此协调, 导致塑性差, 冷加工困难。钛合金 TC4 丝材拉拔工艺中, 加工温度处于材料的再结晶温度附近。在 550~750 °C 温区进行多道次拉拔至 d 2.6 mm 的丝材。丝材的拉拔过程中发生短暂的晶粒动态回复, 一般不发生晶粒的再结晶与长大。

此过程有效限制了 β 相的增长, 多次拉拔塑性变形的结果, 得到 $\alpha+\beta$ 两相细晶组织, 线条状的 β 相在应力的作用下断裂、破碎成细小的点状分布。采用辊模拉伸生产的 TC4 丝材, 同样得到了均匀细小的内部组织, 退火处理后具有较高的抗拉强度和塑性^[10]。

2.4 TC4 合金丝材的细晶强化作用

钛合金的强化机理包括位错强化、细晶强化、固溶强化和两相颗粒强化(沉淀或弥散强化)。Ti-6Al-4V 合金属于中等强度的 $\alpha+\beta$ 型两相钛合金, 只含有 4% 的 β 稳定元素 V, β 稳定系数为 0.27。因此, TC4 合金固溶强化、两相颗粒强化的空间较小, 退火态使用时主要强化方式为位错强化与细晶强化, 且两者相互影响, 共同发生作用。

分析多晶体的塑性变形过程可知: 一方面晶界的存在, 使变形晶粒中的位错在晶界处受阻, 每一晶粒中的滑移带也都终止在晶界附近; 另一方面, 晶粒间存在位向差, 为了协调变形, 每个晶粒必须进行多滑移, 而且多滑移时必然要发生位错的相互交割。这两者均大大提高了金属材料强度。

观察 TC4 合金丝材的退火组织, 在 α 相基体上弥散分布着 β 相, 晶粒非常细小, 粒径在 1~3 μm 之间。晶粒的细化, 使晶界总面积增大, 需要协调的具有不同位向的晶粒增多, 其塑性变形的抗力便增大, 表现为强度增高。同时在外力作用下, 有利于滑移和能参与滑移的晶粒数目也越多, 不会造成局部的应力集中, 推迟了裂纹的产生, 表现为塑性的提高。TC4 合金丝材在 700 °C 退火时获得了良好的塑性, 合金的强度最高。这是细晶强化和位错强化的共同结果。TC4 合金中在 α 相和 β 相边界都发现有位错, 但由于 α 相与 β 相的晶体结构不同, 位错塞集发生在 α/β 相交界面多于 α/α 相界面^[11]。在细晶状态下, 位错塞集出现的几率会更大, 分布更广, 更均匀, 使合金获得了强韧化的效果, 或者在特殊工艺条件下, 出现超塑性的现象^[12]。

2.5 合金显微组织及相变对力学性能的影响

TC4 合金属于马氏体型 $\alpha+\beta$ 型钛合金, 由于含有较少的 β 稳定元素, 退火态 β 相的数量较少。这类合金的共同点是在退火状态下强度与塑性有良好配合。退火态合金力学性能的变化性质, 可以用合金的显微组织与退火温度的关系来解释。

TC4 合金在拉拔变形过程中消耗的功, 只有小部分(占 3%~12%)能量以弹性应变和增加金属中晶体缺陷(空位和位错等)的形式储存起来。由于储存能的存在, 使 TC4 合金丝材的自由能升高, 处于热力学不稳

定状态。退火处理使 TC4 合金内部的组织结构发生变化,提高材料的热力学稳定性。退火过程经历回复、再结晶及晶粒长大3个阶段。TC4 合金丝材在 700 °C 退火时,拉拔变形后的组织开始回复,晶粒非常细小,约 1 μm 。细晶强化的作用明显,获得良好塑性的同时,合金的强度达到退火态的最高值。750~800 °C 退火时,合金属于再结晶退火,组织趋于等轴化,晶粒长大不明显,约 2 μm 。此时合金的强度下降,塑性指标上升,达到最优的综合性能。此过程中合金的硬度也持续降低。TC4 合金中 β 相的晶粒长大动力学研究表明:合金原始组织结构的不同在很大程度上影响最终的 β 晶粒尺寸的差异^[13]。在上述 TC4 合金丝材回复再结晶退火过程中,晶粒尺寸受原始加工态的影响没有发生加大变化。

800 °C 附近是退火热处理的临界温度,温度升高至 850 °C 退火时,晶粒发生聚集长大,约 5 μm 。使合金能够在较低应力下就进行塑性变形。此时合金的强度继续下降,塑性指标开始降低。达到 900 °C 时,由于二次 α 相的析出,二次 α 相的形貌为板条状^[14],使合金的硬度和强度有所回升,却降低了塑性。

不同退火温度 TC4 合金 β 相的尺寸及体积分数的变化情况如图 5 所示。随退火温度的升高, β 相的尺寸逐渐增大。是 TC4 合金发生回复再结晶及晶粒聚集长大的结果。 β 相含量在合金中的体积含量逐渐增多, α 相含量相对减少,900 °C 时 β 相含量约 30%。TC4 合金的热处理制度中,当温度处于 900 °C 以上时, β 相的转变及体积分数的变化对 TC4 合金的性能有显著的影响^[15-16]。较大体积分数的 β 相存在,并在冷却过程中其大尺寸晶粒内部析出二次 α 相,使得 TC4 合金的强度、硬度升高,塑性下降。

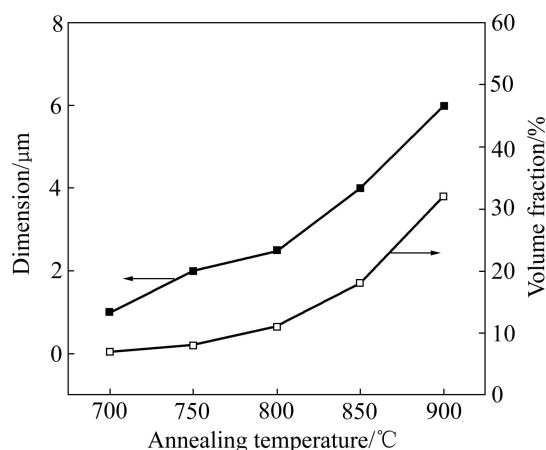


图5 700~900 °C退火后 TC4 合金 β 相的尺寸及体积含量

Fig. 5 Dimension and volume content of β phase in TC4 alloy annealed at 700~900 °C

3 结论

1) TC4 合金丝材经多道次拉拔后,可得到细晶组织,晶粒粒径为 1~5 μm 。

2) 细晶强化作用使得 TC4 合金丝材在 700 °C 退火时具有最高的强度和较好的塑性。

3) 随着退火温度的升高,丝材的硬度和强度逐渐降低。达到 900 °C 时,由于二次 α 相的析出,硬度和强度有所回升。材料的塑性先升后降,在 750~800 °C 温度区间退火可以达到最优的综合性能。

REFERENCES

- [1] 王金友,葛志明,周彦邦. 航空用钛合金[M]. 上海: 上海科学技术出版社, 1985: 91.
WANG Jin-you, GE Zhi-ming, ZHOU Yan-bang. Aviation titanium[M]. Shanghai: Shanghai Science and Technology Press, 1985: 91.
- [2] 周伟,曲恒磊,赵永庆,李辉,冯亮,陈军,郭红超,朱知寿. 热处理对 TC4 合金组织与性能的影响[J]. 热加工工艺, 2005(8): 26~27.
ZHOU Wei, QU Heng-lei, ZHAO Yong-qing, LI Hui, FENG Liang, CHEN Jun, GUO Hong-chao, ZHU Zhi-shou. Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of TC4 alloy[J]. Hot Working Technology, 2005(8): 26~27.
- [3] 包春林,马栓柱,杨海涛,梅新民,姚谦. 热处理温度对等轴初晶 TC4 钛合金组织与性能的影响[J]. 铸造, 2012, 61(8): 922~924.
BAO Chun-lin, MA Shuan-zhu, YANG Hai-tao, MEI Xin-min, YAO Qian. Effects of heat treatment temperature on microstructure and properties of TC4 titanium alloy with equiaxed primary microstructure[J]. Foundry, 2012, 61(8): 922~924.
- [4] ELMER J W, PALMER T A, BABU S S, SPECHT E D. In situ observations of lattice expansion and transformation rates of α and β phases in Ti-6Al-4V[J]. Materials Science and Engineering A, 2005, 391: 104~113.
- [5] PATANKAR S N, ESCOBEDO J P, FIELD D P, SALISHCHEV G, GALEYEV R M, VALIAKHMETOV O R, FROES F H. Superior superplastic behavior in fine-grained Ti-6Al-4V sheet[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2002, 345: 221~227.
- [6] 马铁军,张学军,杨思乾,张勇,张云霞. TC4 钛合金线性摩擦焊接头的冲击韧性及断口特征[J]. 航空材料学报, 2007, 27(6): 40~44.
MA Tie-jun, ZHANG Xue-jun, YANG Si-qian, ZHANG Yong,

- ZHANG Yun-xia. Impact toughness and fracture characteristics of linear friction welded TC4 joint[J]. Journal of Aeronautical Materials, 2007, 27(6): 40–44.
- [7] 黄 辉. 高温形变热处理对 TC4 钛合金组织与性能的影响[J]. 光学精密工程, 1996, 4(4): 48–52.
- HUANG Hui. Effect of high temperature thermomechanical treatment (HTTMT) on the structures and properties of TC4 alloy[J]. Optics and Precision Engineering, 1996, 4(4): 48–52.
- [8] ZENG L, BIELER T R. Effects of working, heat treatment, and aging on microstructural evolution and crystallographic texture of α , α' , α'' and β phases in Ti-6Al-4V wire[J]. Materials Science and Engineering A, 2005, 392: 403–414.
- [9] OBASI G C, MOAT R J, LEO PRAKASH D G, KOCKELMANN W, da FONSECA J Q, PREUSS M. In situ neutron diffraction study of texture evolution and variant selection during the $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ phase transformation in Ti-6Al-4V[J]. Acta Materialia, 2012, 60: 7169–7182.
- [10] 范 珂, 陶海林, 周书成, 王建斌, 王 田. 辊模拉伸 Ti6Al4V 钛合金丝材的力学性能分析[J]. 中国有色金属学报, 2010, 20(S1): s28–s31.
- FAN Ke, TAO Hai-lin, ZHOU Shu-cheng, WANG Jian-bin, WANG Tian. Analysis of mechanical properties of Ti6Al4V wire produced by roll-die drawing[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2010, 20(S1): s28–s31.
- [11] KIM J S, KIM J H, LEE Y T, PARK C G, LEE C S. Microstructural analysis on boundary sliding and its accommodation mode during superplastic deformation of Ti-6Al-4V alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 1999, 263: 272–280.
- [12] 王 敏, 郭鸿镇. TC4 钛合金晶粒细化及超塑性研究[J]. 塑性工程学报, 2008, 15(4): 155–158.
- WANG Min, GUO Hong-zhen. Study on superplasticity and fine-grained of TC4 alloy[J]. Journal of Plasticity Engineering, 2008, 15(4): 155–158.
- [13] IVASISHIN O M, SEMIATIN S L, MARKOVSKY P E, SHEVCHENKO S V, ULSHIN S V. Grain growth and texture evolution in Ti-6Al-4V during beta annealing under continuous heating conditions[J]. Materials Science and Engineering A, 2002, 337: 88–96.
- [14] 张志强, 董利民, 关少轩, 刘羽寅, 杨 锐. 大规格 TC4 钛合金丝材直径对固溶时效显微组织和力学性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2010, 20(S1): s674–s677.
- ZHANG Zhi-qiang, DONG Li-min, GUAN Shao-xuan, LIU Yu-yin, YANG Rui. Effects of diameter on microstructure and mechanical properties of large-size TC4 titanium alloy wires in solution treated and aged condition[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2010, 20(S1): s674–s677.
- [15] MAJORELL A, SRIVATSA S, PICU R C. Mechanical behavior of Ti-6Al-4V at high and moderate temperatures—Part I: Experimental results[J]. Materials Science and Engineering A, 2002, 326: 297–305.
- [16] FILIP R, KUBIAK K, ZIAJA W, SIENIAWSKI J. The effect of microstructure on the mechanical properties of two-phase titanium alloys[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2003, 133: 84–89.

(编辑 何运斌)