DOI: 10.19476/j.ysxb.1004.0609.2019.05.09

时效过程中 ω 相辅助 α 相形核及 α 相对 Ti-1300 合金力学性能的影响



李 沛, 高 婷, 寇文娟, 孙巧艳, 肖 林, 孙 军

(西安交通大学 金属材料强度国家重点实验室, 西安 710049)

摘 要:采用扫描电镜(SEM)、透射电镜(TEM)、X 射线衍射(XRD)和显微硬度仪等技术对 Ti-1300 合金不同热处理工艺的试样进行了观察与表征,研究 Ti-1300 合金的 ω 相对时效过程中 β — α 相转变及微观组织与力学性能的影响。结果表明:固溶处理的试样以 4 °C/min 的速率加热到 350 °C 保温 10 min,随后加热到 500 °C 保温 4 h,析出 α 相的平均尺寸(长度)为 54 nm;而直接在 500 °C 保温 4 h 析出 α 相的平均尺寸(长度)为 202 nm。将固溶后的试样随炉加热(4 °C/min)到 350 °C, β 相中只有 ω 相析出;加热到 400 °C时,在组织中发现了 α 相依附 ω 相形核现象,加热到 500 °C 保温 4 h 时, ω 相消失,合金获得极为细小均匀的 α 相。时效过程中析出的 α 相对合金的硬化作用比 ω 相的更为显著。

关键词: Ti-1300 合金; 时效; ω 相; α 相形核

文章编号: 1004-0609(2019)-05-0963-09 中图分类号: TG146.4 文献标志码: A

亚稳 β 钛合金具有较高的热处理强化效应、深淬透性及良好的强韧性匹配等性能特点,作为新型航天航空器的一种关键结构材料,其性能对于飞行器的安全服役有着重要的作用。亚稳 β 合金的强化机理主要有位错强化、细晶强化、固溶强化和第二相强化。第二相强化能显著提高合金强度同时保证足够的塑性,是目前开发高强度钛合金最有效的一种强化方式[1]。亚稳 β 钛合金时效中的相变过程比较复杂。相关研究发现, β 相在时效过程中随着温度的改变或者 β 相成分的变化其转变产物有 β' 、 ω 、 α ,其中 β' 相对合金强度无明显改善, ω 虽能强化合金但会强烈降低合金塑性韧性[2],而且 ω 是亚稳定相,在高温或者受力时会发生转变从而导致性能不稳定。因此实际应用钛合金强度由 α 相强化保证,合金的强度则依赖于 α 尺寸、形状、分布等因素[1]。

细小、均匀分散的 α 相可以提高合金的力学性能和热稳定性,而 ω 相可作为细小 α 相形核的辅助形核点。为了更好地控制 ω 相辅助 α 相形核的过程,有必要深入研究 ω 相在合金时效过程中的转变机制。对于 ω 和 β 错配度较高的合金^[3], α 相优先在 β 相和方形 ω 相界面的边缘上形核。对于 ω 相和 β 相错配度较低的合金, ω 相在 β 和有转变过程中的确切作用机制仍然

存在争议,之前的研究提出了3种机制:AZIMZADEH 认为[4], 在 Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5Al 合金中, 由于 ω/β 相 界面处 Al 元素含量低, 因此, α 相的形核点与 ω/β 相 界面有一定距离(Al 是 α 相稳定元素, ω 相非稳定元 素^[5]); PRIMA 等^[6]通过对 Ti-6.8Mo-4.5Fe-1.5 Al 合金 研究,认为 α 相是通过位移机制从 ω 相内部形核而成; 第三种机制认为 α 相是在 ω/β 相界面上形核的,但是 具体的方式又有不同的说法。OHMORI等[7]通过对 Ti-1023 合金的研究,认为 α 相是通过消耗 ω 相颗粒 长大的; NAG 等^[8]在对 Ti-5553 合金的研究中提出 $\omega \rightarrow$ α 相转变发生在 ω/β 相界面的 Al 元素富集区,提出 α 相是通过位移-扩散/混合机制形核生长的结论; LI 等^[9-11]在 Ti-6Cr-5Mo-5V-4Al(Ti-6554)合金中采用原子 探针层析成像(APT)及 HRTEM 进行更为严谨详细的 透射组织和元素分析,提出 ω 相边缘的O元素富集区 可能为 α 相提供了形核地点; ZHENG 等[12-15]对文献 [9]中的实验方法提出了质疑,并认为 ω 相在 α 相的形 核过程中起着直接/间接的作用,并在另一篇文章中[15] 指出,对于 Ti-V 这样的 β/ω 高错配度合金, α 相的形 核地点是在诸如 ω/β 界面边缘这样的缺陷处。综上所 述可知, 在 $\beta \rightarrow \alpha$ 相转变过程中, ω 相对于 α 相形核的 作用机制较为复杂,针对具体的合金有必要进一步地

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51671158, 51471136, 51621063); 国家重点基础研究发展计划资助项目(2014CB644003); 高等学校 学科创新引智计划(B06025)

收稿日期: 2018-04-12; 修订日期: 2018-07-30

通信作者: 孙巧艳, 教授, 博士; 电话: 029-82668614; E-mail: qysun@mail.xjtu.edu.cn

论证。

Ti-1300 合金[16]是新研发的一种高强高韧近 β 型 钛合金。经固溶和时效处理, Ti-1300 合金的抗拉强度 超过 1350 MPa, 伸长率超过 8%, 断裂韧性超过 55 MPa·m^{1/2},适合应用于航空结构件,小规格棒丝材适 合应用于紧固件和弹簧。WILLIANMS等[17]研究得出, β/ω 错配度<1.0%时, ω 相呈椭球形, β/ω 错配度>1.0%时, ω 相呈立方形。万明攀等^[16]对 Ti-1300 合金 组织演变的研究中,发现ω相是呈椭球形,由此可以 推断,Ti-1300 合金也属于 β/ω 低错配合金,其中 ω 相在 $\beta \rightarrow \alpha$ 相转变过程中的确切作用机制也未有详细 研究。Ti-1300 合金力学性能的优化主要依赖于其 α 相的形貌和分布,强化效果来源于析出高密度、细小 的析出 α 相。而大多数亚稳 β 型钛合金的时效特征相 类似,在低温时效时析出细小弥散的类球形 ω 相,如 何有效借助ω相细化合金的微观组织以达到最优的性 能匹配则是目前研究的重要内容之一。XU 等[18]对 Ti-15Mo-2.7Nb-3Al-0.2Si 合金的研究中发现,该合金 经过 320 ℃、2 h 时效产生的 ω 相将会辅助形成细小 均匀的 α 相组织形貌, 合金的屈服强度达到 1437 MPa, 伸长率为 10.6%, 在达到高强度的同时保持了 较好的伸长率。因此,对于 Ti-1300 合金,有必要研 究从低温到高温时效过程的显微组织,分析其中的转 变路径,讨论细小 α 相显微组织的形成因素,以便于 更好地控制其组织形貌及分布,提高合金力学性能。 在研究转变路路径中为了充分保证 ω 相的形成, 实验 中多选用缓慢加热或在血相形成温度范围内长时间停 留[13-14],本文作者也沿用相似工艺。这项内容不但可 以对 Ti-1300 合金的相变理论研究做出贡献,也可以 为实际的工业应用提供理论指导。

1 实验

1.1 实验原料

Ti-1300 合金^[16]是西北有色金属研究院提供的一种高强高韧亚稳 β 钛合金,相变点为(830±5) \mathbb{C} ,实验材料为 790 \mathbb{C} 下热轧的 d10 mm 的棒材,原始组织如图 1 所示,为 α + β 两相组织。

1.2 实验方法

用线切割的方法在棒材上切取试样,放在箱式电阻炉中进行热处理,固溶温度为 $850 \, ^{\circ}$,保温 $37 \, \text{min}$,固溶后立即水淬(Water quenching,即 WQ)。表 $1 \, \text{给出了本文设计的} \, 5 \, \text{种合金处理工艺。工艺 A 为将固溶处$

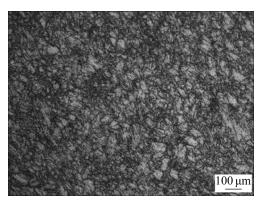


图 1 Ti-1300 合金原始组织的形貌

Fig. 1 Original microstructure of as-received Ti-1300 alloy

表 1 本文的热处理工艺设计及参数

 Table 1
 Heat treatments and corresponding nomenclature for heat treatments

Process No.	Heat treatment process	
A	(850 °C, 37 min, WQ)+(500 °C, 4 h, WQ)	
В	(850 °C, 37 min, WQ)+(4 °C/min, 350 °C, 10 min)+ $(500 °C, 4 h, WQ)$	
C	(850 °C, 37 min, WQ)+ (4 °C/min, 350 °C, 10 min, WQ)	
D	(850 °C, 37 min, WQ)+(4 °C/min, 400 °C, WQ)	
E	(850 °C, 37 min, WQ)+(4 °C/min, 500 °C, WQ)	
F	(850 °C, 37 min, WQ)	

理的试样直接在 500 ℃保温 4 h,工艺 B 为以 4 ℃/min 的速率加热到 350 ℃,保温 10 min,继续加热到 500 ℃ 保温 4 h。另外,设计了 3 种热处理工艺分析随炉加热时效时的相变过程,固溶工艺均为 850 ℃、37 min,水冷至室温。对于时效工艺,工艺 C 为以 4 ℃/min 速率加热到 350 ℃,保温 10 min,水冷至室温;工艺 D 为以 4 ℃/min 速率加热到 400 ℃即刻冷至室温;工艺 E 为以 4 ℃/min 速率加热到 500 ℃即刻水冷至室温;工艺 F 代表 β 相固溶处理工艺。

试样经过磨制、电抛、腐蚀制备金相、扫描观察样品。透射样品经磨制、双喷减薄而成,其中电解抛光由 $HClO_4$ 和 $CH_3COOH(98\%$,质量分数)混合而成,溶液配比为 $V(HClO_4)$: $V(CH_3COOH)=1:9$,电压为 50 V,电流为 1~2 A,时间为 37~43 s,腐蚀液配比为 V(HF): $V(HNO_3)$: $V(H_2O)=1:3:100$,双喷液为 $V(HClO_4)$: $V(CH_3(CH_2)_3OH)$: $V(CH_3OH)=1:7:12$ 。使用 SU6600 型扫描电子显微镜观察微观组织,在 SU6600 型扫描电子显微镜观察微观组织,在 SU6600 型组织 及位相观察。测试硬度使用的仪器为 SU6600 组织及位相观察。测试硬度使用的仪器为 SU6600 以器为 SU6600 以器,

时间为15s,测量5次,取平均值。

2 结果与分析

2.1 两种加热方式对时效析出 α 相的影响

从两种工艺处理试样的组织形貌(见图 2(a)和 2(b))及α相尺寸统计结果(见图 2(c)和 2(d))可知,工艺 A 处理试样中的 α 相形貌为层片状,工艺 B 处理试样 中的 α 相长宽比则更小; 工艺 B 处理试样中 92.39% 的 α 相尺寸在 100 nm 以下, 工艺 A 处理试样中 α 相 的尺寸分布跨度则更大, 在 0~1 μm 之间都有分布。 对图 2 组织进行统计可得表 2 所示结果, 工艺 A 处理 试样中 α 相平均尺寸为 202 nm, α 相形核面密度 50 $^{\text{/}\mu\text{m}^2}$, 工艺 B 处理试样中 α 相平均尺寸为 54 nm, α 相形核面密度 290 个/μm²。工艺 B 时效时先以 4 °C/min 加热到 350 °C, 并且保温 10 min, 而工艺 A 是直接在 500 ℃保温 4 h,两种工艺处理得到的试样中 第二相 α 相组织形状和尺寸差异明显,说明在工艺 B中存在因素促进 α 相的形核但是抑制 α 相长大。微观 组织分析表明工艺 B 处理试样中存在 ω 相, 对 α 相形 核有促进作用,如图 3~5 所示。

2.2 Ti-1300 随炉加热中 α 相析出过程

固溶的试样以 4 ℃/min 随炉升至 350 ℃保温 10

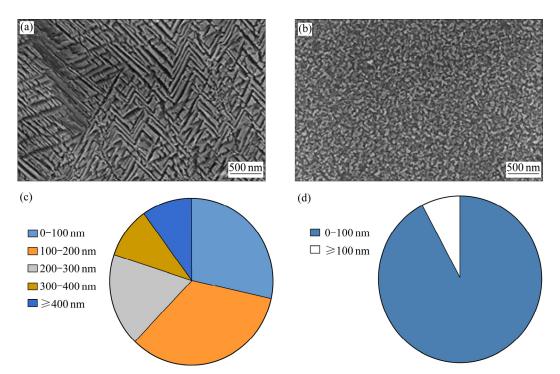


图 2 无 ω 辅助和有 ω 辅助的组织形貌及 α 相尺寸统计

Fig. 2 Morphologies and α phase size distribution diagrams of Ti-1300 samples without and with ω phases: (a), (c) α precipitates transformed from ω phases; (b), (d) α precipitates transformed directly from β phases

表 2 无 ω 辅助和有 ω 辅助的 α 相分布特征统计

Table 2 Statistics of distribution feature by process A and B

Process	Average size of α phase/mm	Areal density of α phase/ μ m ⁻²
A	202	50
В	54	290

min 水冷到室温,其微观组织如图 3 所示,此时试样中只有 ω 相,形貌为球形,分布均匀。图 3(a)所示为明场像,图 3(b)所示为衍射斑点,图 3(c)所示为图 3 (b)的示意图,图 3(d)所示为 $(0\overline{1}11)_{\omega}$ 的暗场像。 ω 相对钛合金性能的影响已在理论上和实验上做过大量研究。ZHANG 等^[2]研究发现,在 β 基体上如果形成大量 ω 相,虽然可以大幅度提高屈服强度和弹性模量,但合金塑性会降低。

为了解从 350 \mathbb{C} 加热到 500 \mathbb{C} 的相变过程,将试样以 4 \mathbb{C} /min 随炉升温至 400 \mathbb{C} 即刻水冷,其组织如图 4 所示,此时 ω 与 α 两相共存,图 4(a)所示为明场像,图 4(b)所示为衍射斑点,图 4(c)所示为图 4(b)的示意图,图 4(d)所示为 $(01\overline{1}\overline{1})_{\omega}$ 的暗场像,图 4(a)所示为 $(1\overline{1}01)_{\alpha}$ 的暗场像,图 4(f)所示为 $(01\overline{1}\overline{1})_{\omega}$ 和 $(1\overline{1}01)_{\alpha}$ 的暗场像,存在 α 相在 ω 相旁边形核生长的现象,弥散分布的 ω 相为 α 相提供了形核点,同时密集分布的 ω 相阻碍了 α 相的进一步长大[19]。由图 4(e)

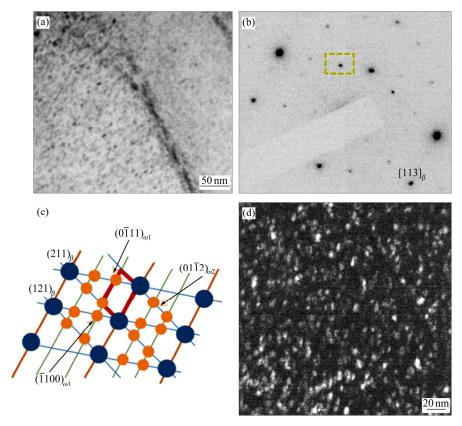


图 3 Ti1300 合金经 350 ℃时效 10 min 处理后的 ω 相

Fig. 3 Precipitation of ω phase particles in Ti-1300 annealed at 350 °C for 10 min: (a) Bright field TEM micrograph; (b) Selected area electron diffraction pattern; (c) Key diagram of Fig. 3(b); (d) Dark field image using $(0\overline{1}11)_{\omega 1}$ phase reflection

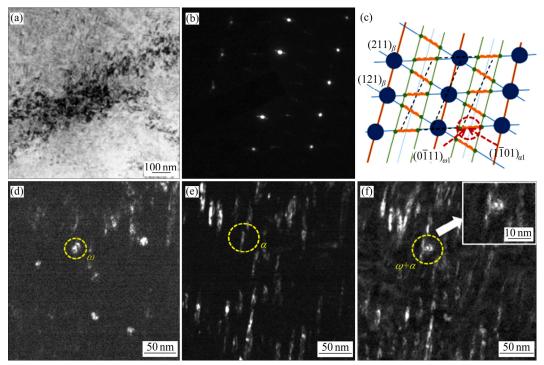


图 4 Ti1300 合金以 4 ℃/min 速度升温至 400 ℃时的 ω+α 相

Fig. 4 Precipitation of $\omega + \alpha$ phase particles in Ti-1300 heated up to 400 °C: (a) Bright field TEM micrograph; (b) Selected area electron diffraction pattern; (c) Key diagram of Fig. 4(b); (d) Dark field image using $(01\overline{1}\overline{1})_{\omega 1}$ phase reflection; (e) Dark field image using $(1\overline{1}01)_{\alpha 1}$ phase reflection; (f) Dark field images of $\omega + \alpha$ phase reflection

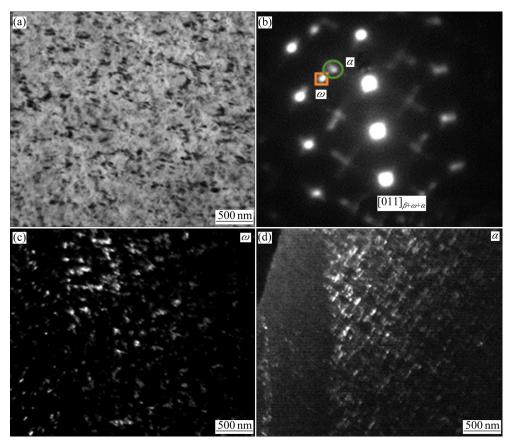


图 5 Ti1300 合金以 4 ℃/min 的速度升温至 500 ℃时的 ω+α 相

Fig. 5 Precipitation of $\omega + \alpha$ phase particles in specimen heated up to 500 °C: (a) Bright field TEM micrograph; (b) Selected area electron diffraction pattern; (c) Dark field image using ω phase reflection; (d) Dark field image using α phase reflection

可知,此时合金中已经有一定数量的 α 相形成,且尺寸为 $10\sim30$ nm。根据文献[7]的分析可知, ω 、 α 、 β 相之间的晶格位向关系为 $(1\overline{1}00)_{\omega}\|(10\overline{1}0)_{\alpha}\|(211)_{\beta}$, $(1\overline{1}20)_{\omega}\|(0001)_{\alpha}\|(0\overline{1}1)_{\beta}$, $(0001)_{\omega}\|(\overline{1}2\overline{1}0)_{\alpha}\|(\overline{1}11)_{\beta}$ 。

文献[16]在研究 Ti-1300 合金不同温度时效时合金的组织演变表明,500 ℃时析出的第二相是 α 相, 其数量随着时间延长而增多,并在达到一定程度后保 持不变。张珍宣等^[20]研究压应力下 Ti-1300 合金 ω 相变时,指出无压力作用时, ω 相转变温度为 314.84 $\mathbb C$ (588 K),峰值温度为 359.87 $\mathbb C$ (633 K),终点温度为 419.84 $\mathbb C$ (693 K),也证明 500 $\mathbb C$ 时已经没有 ω 相存在。然而在本实验中随炉升温至 500 $\mathbb C$ 即刻水冷时,合金组织第二相同时包含 ω 、 α 两相,说明此时温度条件虽然已经满足,但是没有充分的时间让 ω 相完全消失。

直接在 500 ℃保温 4 h(时效工艺 A)和随炉升温 (4 ℃/min)到 500 ℃保温 4 h(时效工艺 B)试样的 TEM 衍射花样及暗场像如图 6 所示,图 6(a)、(c)所示分别 为时效工艺 A 的明场像和暗场像,图 6(b)、(d)所示分别为时效工艺 B 的明场像和暗场像。由图可知,两种时效工艺的第二相全部为 α 相,工艺 B 的 α 相比工艺 A 更细小。如上所述,工艺 A 随炉升温过程会生成均匀分布的 ω 相,而这些 ω 相的存在会辅助之后 α 相的形核,使其尺寸更加细小。

以上所有工艺的 XRD 谱如图 7 所示,随炉至 350 ℃保温 10 min 时,除了 β 基体的衍射峰,XRD 谱

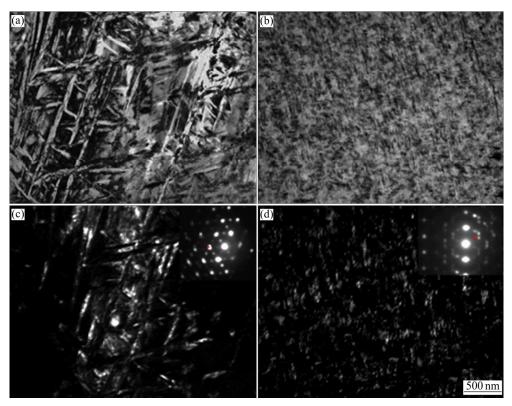


图 6 两种时效工艺处理 Ti-1300 合金的微观组织

Fig. 6 Microstructures of Ti-1300 alloy after being treated by different aging treatments: (a) Bright field, 500 °C, 4 h; (b) Bright field, (350 °C, 10 min)+(500 °C, 4 h); (c) Dark field, 500 °C, 4 h; (d) Dark field, (350 °C, 10 min)+(500 °C, 4 h)

中存在 $(112)_{\omega}$ 的衍射峰,且没有任何 α 相的衍射峰, 说明时效温度为 350 ℃时确实还没有 α 相生成,第二 相只有 ω 相,这与图3的结果一致。而随炉升至400 ℃ 和 500 ℃时,虽然第二相中也有 ω 相,但此时的 ω 相 数量少,且 ω 相本身尺寸小,半高宽大,XRD 衍射 峰不明显,因此,未观察到 ω 相衍射峰;由曲线2可 知, 时效到 400 ℃时, *α* 相的峰只有(100)、(112)两处, 此时 α 相还未充分形核长大,含量少,这与图 4 实验 结果是吻合的;由曲线 3 可知,时效到 500 ℃时, α 相的峰又增加了两处(102)、(110), 其中(110)的峰不是 很明显,这一变化说明相对于400℃来说,随着温度 继续升高到 500 ℃时有更多的 α 相借助于 ω 相的作用 形核生长,数量增多,如图 5(d)所示的那样, α 相致 密均匀地分布在 β 基体上。曲线4、5分别对应工艺B、 工艺 A, 合金在 500 ℃保温 4 h 后已经充分时效,第 二相只有 α 相,与图 6 中的 TEM 结果一致,且相对 于曲线 3 来说, 曲线 4、5 又增加了(002)、(101)两处 α 的峰。

2.3 硬度

Ti-1300 合金相变点为(830±5) ℃, 850 ℃固溶是

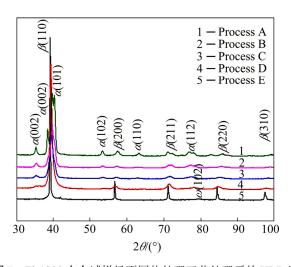


图 7 Ti-1300 合金试样经不同热处理工艺处理后的 XRD 谱 Fig. 7 XRD patterns of Ti-1300 alloy heated by different heat treatments

在单相区固溶,组织为 β 单相区,如图 8 所示,850 \mathbb{C} 固溶处理后合金硬度为 282HV,工艺 \mathbb{C} 处理合金的硬度为 314HV,比固溶工艺处理合金的硬度高 32HV,这是因为工艺 \mathbb{C} 处理过的试样中组织为 \mathfrak{g} 基体上分布有均匀细小的 ω 相(见图 3),等温 ω 相是一种硬而脆

的相(HB 约为 500, δ =0), 合金中出现等温 ω 相时会 阻碍位错运动,其硬度会提高^[21]。相对于工艺 C,工 艺 D 的时效温度提高了 50 ℃,如图 4 所示,此时第 二相为 ω + α 两相共存,硬度为 415 HV,比工艺 C 处 理合金的硬度高 101HV, 工艺 C、D 处理合金的显微 组织区别为工艺 D 处理合金中形成有一定量的 α 相, 说明相较于 ω 相, α 相对合金的强化作用更显著。 JONES 等[22]在 Ti-5553 合金中发现单独的 ω 第二相对 合金的力学性能提升极为有限,合金力学性能的提升 主要来自于低温时效(570 °C)时产生的纳米尺度的 α 相。工艺 D 时效时继续随炉加热 100~500 ℃时,即刻 水冷便得到了工艺 E 处理合金的组织(见图 5),相比 工艺 D 处理合金组织中 α 相数量增多了,此时硬度为 476HV, 比工艺 D 处理合金的硬度高 61HV, 说明随 着 α 相数量的增多,合金硬度进一步得到了提升。HE 等^[23]在对 Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe(Ti55511)合金的研 究中得出了同样的结论,该作者推断在 Ti55511 合金 中纳米尺度的 α 相体积分数增多,即 α/β 晶界增多, 硬度值随之提高。工艺 B 是在合金的时效温度升到 500 ℃时保温了 4 h, 组织中 ω 相已全部消失, α 相则 有更为充分地析出,此时的 α 相细小均匀地分布在 β 基体上, 使得合金硬度值达到了 505HV, 比固溶后的 单 β 相硬度提高了223HV。由此可见, α 相对于合金 的硬度提升作用之显著。工艺 A 处理合金硬度为 476HV,该工艺处理合金中 α 相的平均尺寸比工艺B 处理合金中 α 相的平均尺寸大,硬度比工艺B处理合 金的硬度低,硬度相差约 29HV。

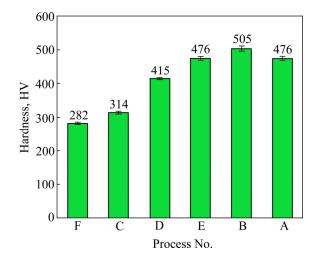


图 8 Ti-1300 合金经不同热处理工艺处理后的硬度

Fig. 8 Hardness of Ti-1300 alloy heated by different heat treatment

3 结论

- 1) Ti-1300 合金经 β 相区固溶处理后,直接在500 \mathbb{C} 时效 4 h,析出 α 相平均尺寸(长度)为 202 nm, α 相形核面密度 50 μ m⁻²;随炉缓慢加热并在 350 \mathbb{C} 保温 10 min 继续缓慢加热到 500 \mathbb{C} 保温 4 h 析出 α 平均尺寸(长度)为 54 nm, α 相形核面密度 290 μ m⁻²。
- 2) TEM 观察结果表明: Ti-1300 合金随炉升至 350 ℃保温 10 min 时有大量均匀分布的纳米尺度 ω 相,当随炉升至 400 ℃时, α 相紧邻 ω 相形核,表明 在 Ti-1300 合金中 ω 相的确促进 α 相形核,但是 ω 相 在 500 ℃长时间保温后消失。
- 3) Ti-1300 合金中,等温 ω 相提高合金硬度的程度有限; 时效中析出的 α 相对合金硬度贡献更为显著。时效过程中等温 ω 相辅助 α 形核、细化组织,合金的硬度最高。

REFERENCES

- [1] 赵永庆, 陈永楠, 张学敏, 曾卫东, 王 磊. 钛合金相变及热处理[M]. 长沙: 中南大学出版社, 2012.

 ZHAO Yong-qing, CHEN Yong-nan, ZHANG Xue-min, ZENG Wei-dong, WANG Lei. Phase transformation and heat treatment of titanium alloys[M]. Changsha: Central South University Press, 2012.
- [2] ZHANG X F, KIM K B, YI S. Effect of martensitic ω phase on mechanical properties of $Ti_{100-x}Co_x$ alloys with x=5, 7 and 9[J]. Intermetallics, 2010, 18(4): 725–729.
- [3] TAKEMOTO Y, HIDA M, SAKAKIBARA A. Mechanism of omega approaching alpha transformation in beta-Ti alloy[J]. Japan Institute of Metals, Journal, 1993, 57(3): 261–267.
- [4] AZIMZADEH S, RACK H J. Phase transformations in Ti-6.8Mo4.5Fe1.5Al[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 1998, 29(10): 2455–2467.
- [5] HICKMAN B S. The formation of omega phase in titanium and zirconium alloys: A review[J]. Journal of Materials Science, 1969, 4(6): 554–563.
- [6] PRIMA F, VERMAUT P, TEXIER G, Ansel D, GLORIÀNT T. Evidence of α-nanophase heterogeneous nucleation from ω particles in a β-metastable Ti-based alloy by high-resolution electron microscopy[J]. Scripta Materialia, 2006, 54(4): 645–648.
- [7] OHMORI Y, OGO T, NAKAI K, KOBAYASHI S. Effects of

- ω -phase precipitation on $\beta \rightarrow \alpha$, α'' transformations in a metastable β titanium alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2001, 312(1/2): 182–188.
- [8] NAG S, BANERJEE R, SRINIVASAN R, HWANG J Y, HARPER M, FRASER H L. ω -assisted nucleation and growth of α precipitates in the Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-0.5 Fe β titanium alloy[J]. Acta Materialia, 2009, 57(7): 2136–2147.
- [9] LI T, KENT D, SHA G, DARGUSCH M S, CAIMEY J M. The mechanism of ω -assisted α phase formation in near β -Ti alloys[J]. Scripta Materialia, 2015, 104: 75–78.
- [10] LI T, KENT D, SHA G, STEPHENSON L T, CEGUERRA A V, RINGER S P, DARGUSCH M S, CAIMEY J M. New insights into the phase transformations to isothermal ω and ω -assisted α in near β -Ti alloys[J]. Acta Materialia, 2016, 106: 353–366.
- [11] LI T, KENT D, SHA G, CAIMEY J M, DARGUSCH M S. The role of ω in the precipitation of α in near- β Ti alloys[J]. Scripta Materialia, 2016, 117: 92–95.
- [12] ZHENG Y, WILLIANMS R E A, SOSA J M, WANG Y, BANERJEE R, FRASER H L. The role of the ω phase on the non-classical precipitation of the α phase in metastable β -titanium alloys[J]. Scripta Materialia, 2016, 111: 81–84.
- [13] ZHENG Y, WILLIANMS R E A, WANG D, SHI R,NAG S, KAMI P, SOSA J M, BANERJEE R, WANG Y, FRASER H L. Role of ω phase in the formation of extremely refined intragranular α precipitates in metastable β-titanium alloys[J]. Acta Materialia, 2016, 103: 850–858.
- [14] ZHENG Y, WILLIANMS R E A, SOSA J M, WANG Y, BANERJEE R, FRASER H L. The indirect influence of the ω phase on the degree of refinement of distributions of the α phase in metastable β -titanium alloys[J]. Acta Materialia, 2016, 103: 165–173.
- [15] ZHENG Y, CHOUDHURI D, ALAM T, WILLIAMS R E A, BANERJEE R, FRASER H L. The role of cuboidal ω precipitates on α precipitation in a Ti-20V alloy[J]. Scripta Materialia, 2016, 123: 81–85.
- [16] 万明攀. Ti-1300 合金室温变形与组织演变研究[D]. 西安: 西北工业大学, 2015: 1-14.

- WAN Min-pan. Study on deformation at room temperature and microstructure evolution of Ti-1300 alloy[D]. Xi'an: Northwest University of Technology, 2015: 1–14.
- [17] WILLIAMS J C, BLACKBURN M J. The influence of misfit on the morphology and stability of the omega phase in titanium transition metal alloys[R]. North American Rockwell Science Center, Thousand Oaks, Calif, 1969.
- [18] XU T W, ZHANG S S, ZHANG F S, KOU H C, LI J S. Effect of ω -assisted precipitation on $\beta \rightarrow \alpha$ transformation and tensile properties of Ti-15Mo-2.7 Nb-3Al-0.2 Si alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2016, 654: 249–255.
- [19] 张志超,金头男,赵永庆,常 雷,王二平.近 β 型 Ti-1300 合金的显微组织分析[J]. 中国有色金属学报, 2015, 25(8): 2115-2122.
 - ZHANG Zhi-chao, JIN Tou-nan, ZHAO Yong-qing, CHANG Lei, WANG Er-ping. Microstructure analysis of near β Ti-1300 alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2015, 25(8): 2115–2122.
- [20] 张珍宣, 雷 旻, 万明攀, 马 瑞. 压应力下 Ti-1300 合金 ω 相变研究[J]. 稀有金属材料与程, 2014, 46(11): 3277-3281.
 - ZHANG Zhen-xuan, LEI Min, WAN Ming-pan, MA Rui. ω phase transformation of Ti-1300 alloy under compressive stress[J]. Rare Meal Materials and Engineering, 2014, 46(11): 3277–3281.
- [21] 张 翥, 王群骄, 莫 畏. 钛的金属学和热处理[M].北京: 冶金工业出版社, 2009. ZHANG Zhu, WANG Qun-jiao, MO Wei. Metallurgy and heat-treatment of titanium[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2009.
- [22] JONES N G, DASHWOOD R J, JACKSON M, DYE D. β Phase decomposition in Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr[J]. Acta Materialia, 2009, 57(13): 3830–3839.
- [23] HE B, CHENG X, LI J, LI G C, WANG H M. ω-assisted α phase and hardness of Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe during low temperature isothermal heat treatment after laser surface remelting[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2017, 708: 1054–1062.

α phase transformation assisted by ω phase and effect of α phase on mechanical properties of Ti-1300 alloy during annealing

LI Pei, GAO Ting, KOU Wen-juan, SUN Qiao-yan, XIAO Lin, SUN Jun

(State Key Laboratory for Mechanical Behavior of Materials, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

Abstract: The microstructures of the aged samples after solution treatment with different aging treatments were observed and characterized by SEM, TEM and XRD. The effects of ω phase on the $\beta \rightarrow \alpha$ phase transformation and microstructures on Ti-1300 alloy were also studied. The results show that the average size (length) of precipitated α phase is 54 nm after being heated at 350 °C for 10 min and then being heated at 500 °C for 4 h. The average size (length) of the α phase is 202 nm when the sample is directly held at 500 °C for 4 h. Only nanoscale ω phase were observed in the sample being heated to 350 °C at the rate of 4 °C/min, while α phase nucleation attached to ω phase was observed in the sample which is heated to 400 °C. When the sample is heated continuously to 500 °C and held for 4 h, ω phase disappeared and very fine uniform α precipitates are obtained in the microstructure. The hardening effect of α phase is stronger than that of ω phase.

Key words: Ti-1300 alloy; aging; ω phase; α phase precipitation

Foundation item: Projects(51671158, 51471136, 51621063) supported by the National Natural Science Foundation of

China; Project(2014CB644003) supported by the National Basic Research Program of China; Project

(B06025) supported by Overseas Expertise Introduction for Discipline Innovation of China

Received date: 2018-04-12; Accepted date: 2018-07-30

Corresponding author: SUN Qiao-yan; Tel: +86-29-82668614; E-mail: qysun@mail.xjtu.edu.cn

(编辑 李艳红)