



快速固结粉末冶金亚稳 β 钛合金的热加工性与组织性能

赵秦阳¹, 徐义库¹, 陈永楠¹, Rob TORRENS², Leandro BOLZONI², Fei YANG²

(1. 长安大学 材料科学与工程学院, 西安 710064;

2. Waikato Centre for Advanced Materials and Manufacturing, University of Waikato, Hamilton 3240, New Zealand)

摘要: 本研究设计了一种低成本短流程粉末冶金固结与加工技术制备了亚稳 β 型 Ti-5553 合金, 主要包括快速粉末热压、单道次锻压和简单退火热处理。研究揭示了合金在加工过程中的组织演变机理、力学性能优化机理和组织性能关系。结果表明: 经过在 1275 °C 流动氩气气氛环境的快速热压, 所得固结态合金相对密度高、宏微观组织均匀, 无明显缺陷。经过单道次锻压及快速退火处理后, 合金的微观组织和力学性能得以调控和优化, 其微观组织和力学性能都对热处理温度的变化有较高的敏感性。当热处理温度为 700 °C 和 750 °C 时, 合金展现出良好的强塑性匹配, 抗拉强度和伸长率分别为 1335 MPa 和 6.6%、1215 MPa 和 7.2%, 原因是多级析出相的组织结构可同时稳固合金的力学性能强化效果、提高合金的均匀协调变形能力, 使合金具有高强度和可接受的塑性。

关键词: 粉末冶金; 亚稳 β 型钛合金; 低成本; 热加工; 微观组织

文章编号: 1004-0609(2021)-12-3552-14

中图分类号: TG146.2

文献标志码: A

引文格式: 赵秦阳, 徐义库, 陈永楠, 等. 快速固结粉末冶金亚稳 β 钛合金的热加工性与组织性能[J]. 中国有色金属学报, 2021, 31(12): 3552-3565. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-40142

ZHAO Qin-yang, XU Yi-ku, CHEN Yong-nan, et al. Workability, microstructure evolution and property variation of powder metallurgy metastable β titanium alloy manufactured by fast consolidation and processing approach[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2021, 31(12): 3552-3565. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-40142

作为钛合金的一类重要分支, 亚稳 β 型钛合金因为有着高强度、良好的淬透性的优势, 并兼具优良的疲劳性能和可焊性, 常被认为是制造大型工程构件的“理想材料”^[1-4]。尤其在航空航天领域, 利用亚稳 β 钛合金取代传统钢材可有效实现减重, 提升其性能并减少能耗。Ti-5553(Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr)是一种成熟商业化的亚稳 β 型钛合金, 已经被成功应用于波音 777 等大型客机骨架和起落架的部分结构件^[5-8]。但是因为相对高的制造成本, 亚稳 β 型钛合金的应用一直被限制在航空航天和军事装

备等领域, 而制造的高成本主要来源于传统熔铸加工工艺中多次高温熔炼、多道次的热加工、复杂的热处理和加工过程中材料的损耗与浪费^[9]。若能在保证合金物理性能和力学性能的前提下有效降低合金的熔炼与热加工的成本并缩短合金制备周期、有效减少材料的成型损耗, 就有望拓展亚稳 β 型高强韧钛合金在其他工程领域的应用, 包括新能源汽车、舰船制造以及更广泛的民用领域。

粉末冶金被视为是一种能有效降低钛合金制造成本的工艺技术, 可以在相对较低的温度下固结

基金项目: 陕西省科技重大专项(2020zdzx04-01-02); 陕西省重点研发计划资助项目(2021KW-18; 2020ZDLGY12-03); 中国科协青年人才托举工程资助项目(YESS20200335)

收稿日期: 2021-04-12; **修订日期:** 2021-07-07

通信作者: 赵秦阳, 博士; 电话: 15029095873; E-mail: zqy@chd.edu.cn

合金粉末, 并且通过近净成型的特点减小材料在加工中的损耗^[9-10]。粉末冶金钛合金工艺采用的粉末原料可被分为预合金粉和混合元素粉。预合金粉是利用已被熔炼成目标成分的合金制得, 再通过热等静压、增材制造等工艺获取高性能的合金部件。因此, 用预合金粉制备的钛合金并不能降低成本, 反而是在比传统工艺成本更高的前提下, 去获得其他方面的改进或提升, 比如制备形状复杂的部件和提高工件制造速度。粉末冶金钛合金的低成本化工艺主要是通过采用钛粉和各类合金元素的混合粉为原料来实现, 从而避免了合金的熔铸环节, 因此原料粉末的价格被显著降低^[11-12]。目前, 使用粉末冶金工艺制备低成本亚稳 β 型高强韧钛合金的技术主要是通过热等静压或真空烧结使合金初步致密化。但是, 热等静压和真空烧结都需要较为昂贵的设备和较长的制备周期, 这样就使得这一工艺低制造成本的优势点被大打折扣。因此, 需要继续研究与开发更加快速和低成本粉末冶金钛合金制造技术。针对被更广泛使用的钛合金, 如 TC4, 已有研究人员开发出一些低成本短流程的制备技术^[13-14], 但如何在控制制造成本和时间的条件下获取性能达标的亚稳 β 型钛合金一直是业界的一个热点问题。

本研究针对 Ti-5553 亚稳 β 型钛合金设计了一种快速粉末固结工艺, 结合单道次热加工和后续的短时热处理, 制备获得了性能达标的合金。并且通过一系列的组织与性能表征, 探索了此粉末冶金钛合金的热加工性, 分析了合金的组织与性能关系, 并揭示了快速固结、热加工和热处理过程中组织演变机理, 旨在为粉末冶金高强韧钛合金的低成本化和加工工艺设计提供理论指导和数据支撑。

1 实验

本研究利用氢化脱氢钛粉(HDH-Ti)、纯铝粉、铝钒中间合金粉(35%Al-65%V, 质量分数, %)、铝钼中间合金粉(15%Al-85%V)和铝铬中间合金粉(30%Al-70%V), 按照 Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr 的合金名义成分(质量分数, %)通过 V 形混料机配置成均匀的混合粉末, 各粉末原料的基本参数信息(纯度、氧含量、粒度分布)和微观形貌分别如表 1 和图 1 所示。采用 100 t 小型液压机在 400 MPa 的单轴压力下把在特制模具中加热到 250 °C 的 0.5 kg 混合粉末每压制为直径为 56 mm 的圆柱形粉末预成型锭坯。本研究中的快速粉末固结工艺是通过特制模具中高温热压实现的, 将预成型锭坯在流动氩气保护环境下借助高电流感应线圈以 200 °C/s 的加热速率快速加热至 1275 °C, 随后保温 9 min。保温结束后, 将高温预成坯转入直径为 58 mm 的模具(表面通过石墨浑浊液涂层润滑, 并且预热至 600 °C)中压制 90 s, 随后取出合金块, 并在流动氩气气氛中冷却到室温, 最终得到合金的粉末固结锭坯。整个快速粉末固结工艺耗时大约为 17 min, 耗电量为 1.6 kW·h, 相比于传统的高温烧结(6~10 h), 此工艺可显著减低固结时间并大幅度降低能耗。若采用特制的预成型模具与相应的固结成型模具, 通过本工艺也可实现对一些形状较为复杂部件的制备。图 2 展示了这两种制备工艺的示意图及特点对比。粉末固结态合金的相变点经过金相法测定为(975±5) °C, 实际成分经化学分析测定为: Ti-4.99Al-4.93V-4.94Mo-2.90Cr-0.36O。可以看出合金中氧元素含量

表 1 制备合金采用的原料粉末及混合粉的各项基本参数

Table 1 Basic information and characters of raw powders and powder mixture for synthesizing PM Ti-5553 alloy

Powder	Nominal purity	Measured oxygen content/%	Nominal particle size/ μm	Particle size distribution/ μm		
				$d(10)$	$d(50)$	$d(90)$
HDH-Ti	99.6%	0.23	<75	27.043	53.252	84.458
Al	99.9%	0.25	<40	20.578	38.678	63.559
V65-Al35	Commercial	0.35	<63	28.882	52.790	85.627
Mo85-Al15	Commercial	0.32	<63	22.689	34.587	75.547
Cr70-Al30	Commercial	0.25	<63	25.548	32.487	76.971
Powder mixture	—	0.33	—	32.654	44.987	83.547

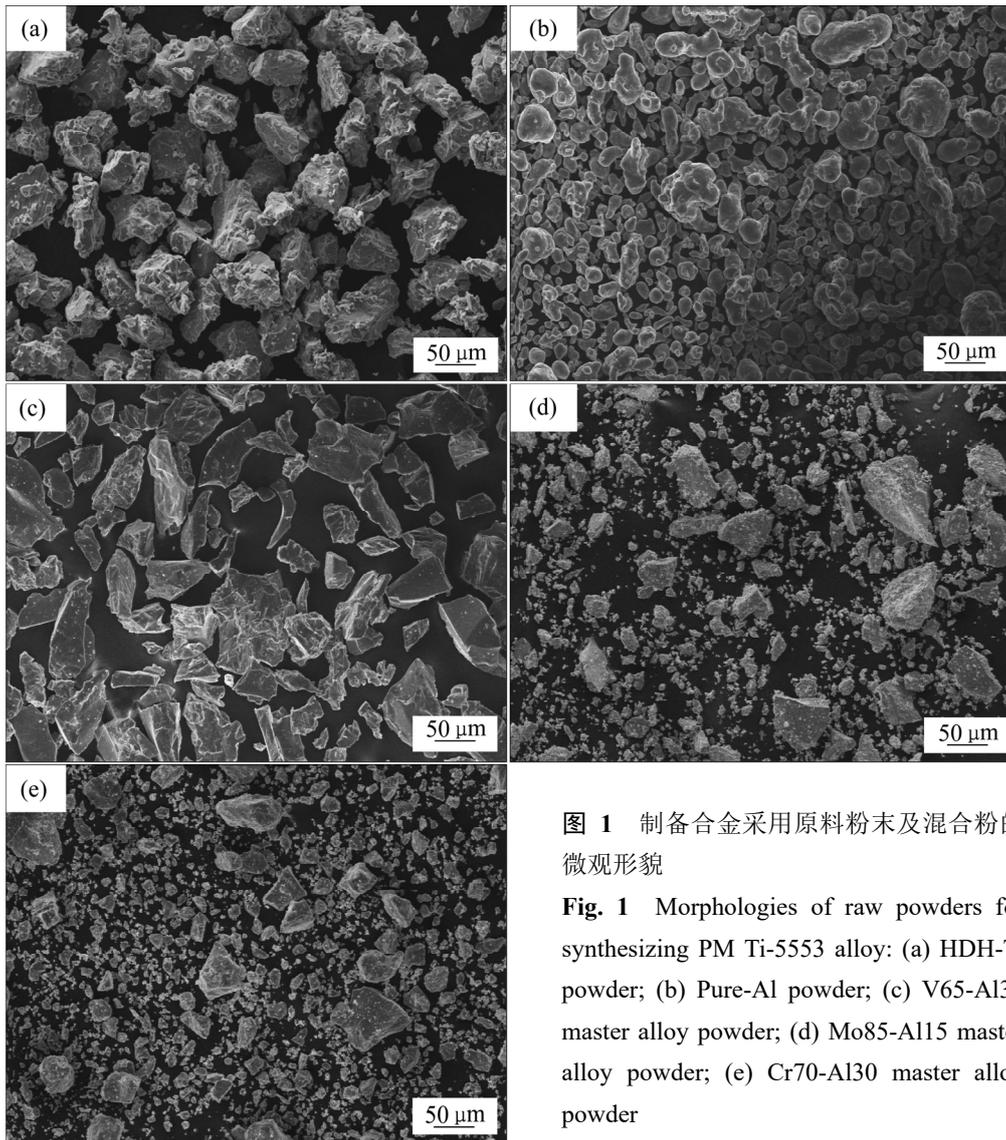


图 1 制备合金采用原料粉末及混合粉的微观形貌

Fig. 1 Morphologies of raw powders for synthesizing PM Ti-5553 alloy: (a) HDH-Ti powder; (b) Pure-Al powder; (c) V65-Al35 master alloy powder; (d) Mo85-Al15 master alloy powder; (e) Cr70-Al30 master alloy powder

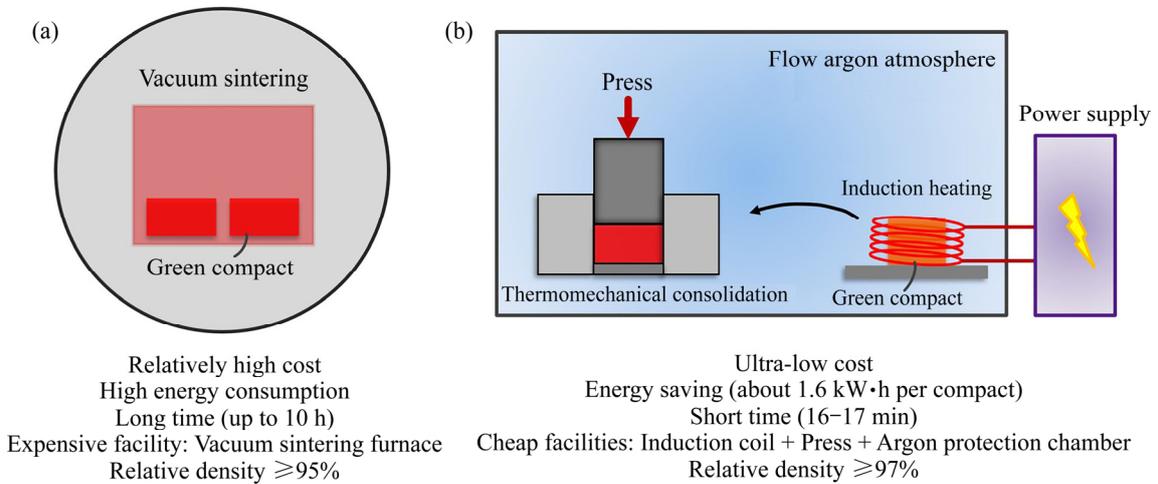


图 2 传统真空烧结工艺和快速粉末固结工艺对比

Fig. 2 Schematic diagrams comparing features of conventional vacuum sintering(a) and rapid thermomechanical powder consolidation approaches(b)

较高, 达到了 0.36%, 但相比于混合粉末中氧元素的含量(0.33%), 固结态合金中的氧元素含量并没有大幅度提升, 这说明合金中的氧元素的主要来源是粉末原料中的杂质氧元素, 快速固结过程中合金并没有再大量吸收氧, 避免了严重氧化。而这一较高的氧含量(钛合金八面体间隙元素、 α 相稳定元素)也导致合金的相变点相对于同名义成分的合金铸锭高出近 100 °C^[15]。

基于前期研究^[16], 通过热加工图, 得到了适宜进行热加工的工艺条件, 利用 650 t 快锻机, 在 950 °C(保温 30 min)和约 0.5 s⁻¹(应变速率)条件下对粉末固结锭坯进行单向单道次锻造至直径约 105 mm 的锻饼(变形量约为 75%), 冷却方式为空冷。热处理在箱式马弗炉内进行, 热处理方式为一次退火, 温度选择为 600~850 °C(每 50 °C), 保温 1 h 后空冷。图 3 所示为粉末固结锭坯和锻饼的外观形貌。通过图 3(a)中固结态锭坯的截面宏观组织照片可以看出, 锭坯形状规则, 没有暴露的缺陷或者空隙。经过轴向单道次锻压(见图 3(b)), 锻饼变形均匀, 未见表面开裂和失稳变形特征。利用阿基米德原理测定不同状态合金的密度。在热处理前后锻饼中间位置取样, 进行室温拉伸(Instron-4240)和显微硬度测试(Leco-FM700), 力学性能测试在同一条件下均重复三次, 取测试结果平均值。取不同状态的小块合金试样进行机械磨抛和化学腐蚀, 通过光学显微镜(OM, Olympus-PMG3)和扫描电镜(SEM, JSM-6460)观察合金微观组织。取不同状态的薄片状合金试样, 打磨至 60 μm 后冲出直径为 3 mm 的样品, 经过离子减薄后, 利用透射电镜(TEM, Tecnai G2 F20)观察更微观的组织形貌特征。

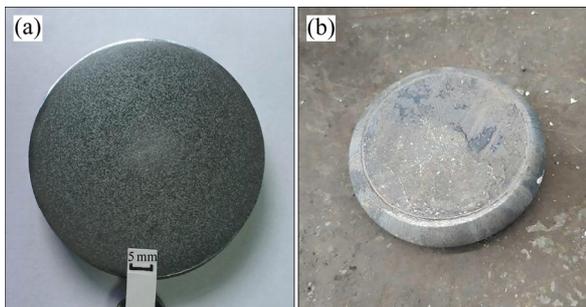


图 3 粉末固结锭坯和锻饼的外观形貌照片

Fig. 3 Appearance of as-consolidated(a) and as-forged alloy(b)

2 结果与讨论

2.1 合金制备加工过程中密度变化

图 4 是合金制备加工过程中相对密度变化与相应致密化机理示意图。经过粉末压制过程中的颗粒变形、机械固连、冷焊, 粉末预成型锭坯的相对密度从混合粉末状态的 31% 显著提升至 84%。在高温热压过程中, 相对密度进一步提升至接近全致密 98%, 粉末微粒溶解, 热力耦合作用使得元素充分扩散, 合金元素固溶, 建立新的化学键合。最终残留的微孔在锻造中闭合, 元素也再次扩散, 锻饼实现了全致密, 合金的微观组织也得以重塑。

2.2 微观组织及其演变机理

图 5 所示为合金粉末固结锭坯和锻饼光镜组织形貌。从图中可以看出, 两种状态的合金微观组织都由 β 相基体和 α 析出相构成。固结态下(见图 5(a)), β 相晶粒呈等轴状, 晶粒尺寸为 100~150 μm , α 相呈聚集式不均匀分布, 且组织中有少量直径在 2 μm 左右的残余孔洞。相比于传统工艺熔铸后钛合金的铸态组织, 此粉末固结态合金的晶粒较小, 这是由于相对较低的粉末固结温度和短的固结时间。经过单向单道次锻造和空冷后(见图 5(b)), 合金中析出相的含量明显提升, 且呈条带状分布。

图 6 是合金锻饼微观组织在不同放大倍数下的 SEM 组织照片, 原始 β 晶粒被显著拉长, 其晶界呈锯齿状, 从高倍放大组织照片可见组织主要由片层式分布的尺寸各异针状相以及之间剩余的 β 相构成(见图 6(b)~(c)), 组织中也可看到少量被压缩成细条状的微孔。图 7 中合金锻饼的 TEM 组织照片提供了条带状析出区更加微观的组织形貌特征, 针状析出相片层(通过图 7(c)中的选区电子衍射斑点证实为 α 相或其马氏体 α 相)在组织中占主导地位, 其长度尺寸为 2~10 μm , 宽度为尺寸为 0.5~1 μm , 剩余 β 相分布在析出相片层之间, 其层厚大多小于 0.1 μm (见图 7(a)~(b)), 残余 β 相内无其他二级结构。同时组织中位错密度较高, 可以观察到大量位错缠结与塞积, 主要分布在析出相内部及其与剩余 β 相的界面处(见图 7(b))。

结合前期研究^[15-16]和现有的微观组织表征结

果,可分析得到锻压过程中主要的微观组织演变机理:固结态合金在加热保温过程中,由于温度接近相变点,组织中聚集态的析出相溶解,合金将呈全等轴 β 组织;锻压过程中,在较高应变速率(0.5 s^{-1})

和较大塑性变形(75%)条件下,合金的软化机制由动态回复主导,动态再结晶和 α 相的动态析出被抑制,这导致 β 晶粒被拉长,晶界呈锯齿状,没有新的等轴 β 相、初生 α 相和晶界 α 形成;当锻饼温度

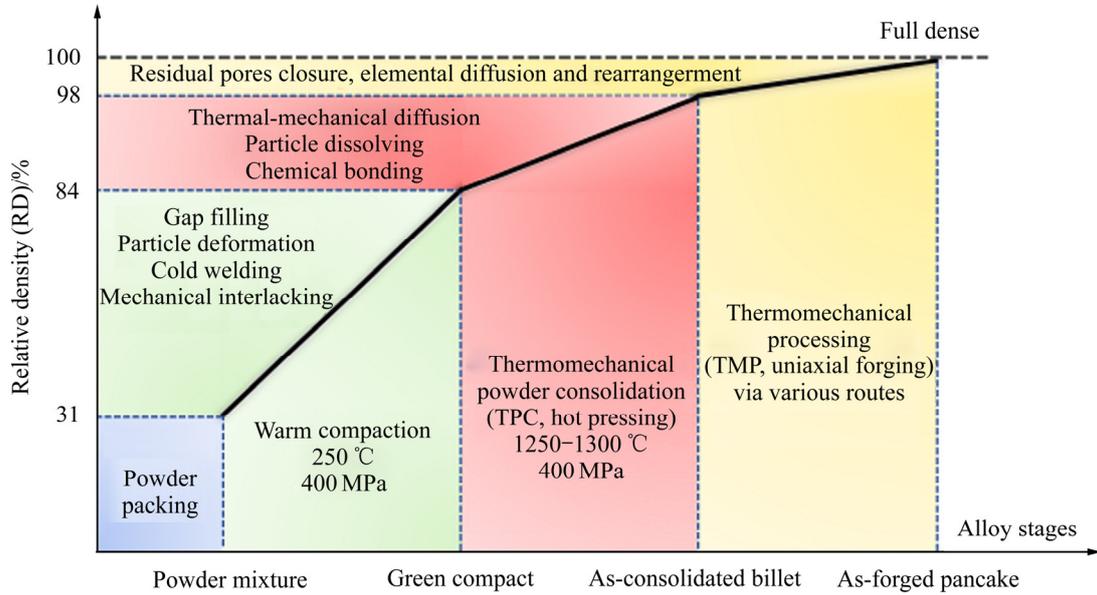


图4 制备加工过程中相对密度变化与致密化机理示意图

Fig. 4 Relative density variation situation and relevant densification mechanisms during processing procedures of alloy

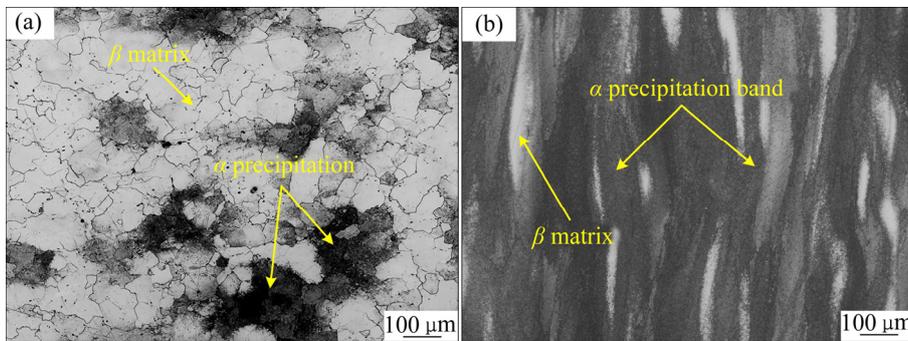


图5 合金粉末固结锭坯和锻饼的金相组织

Fig. 5 OM microstructures of PM Ti-5553 alloy at different stages: (a) As-consolidated billet; (b) As-forged pancake

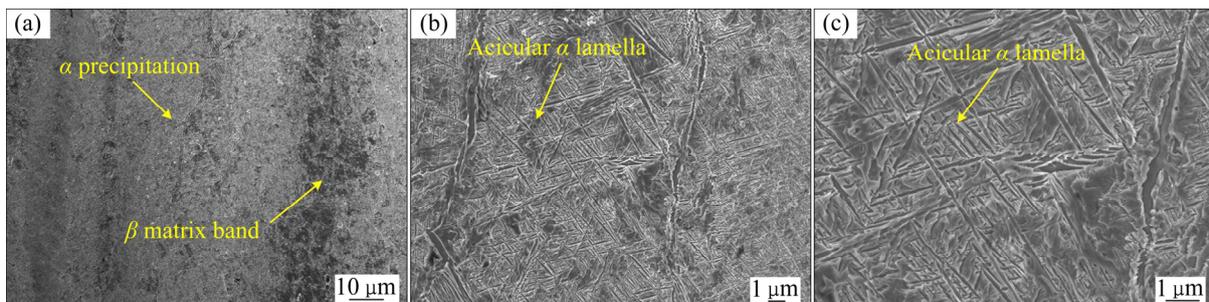


图6 合金锻饼的扫描电镜微观组织(不同放大倍数)

Fig. 6 SEM microstructures of as-forged pancake at various magnification times: (a) Low magnification; (b) Middle magnification; (c) High magnification

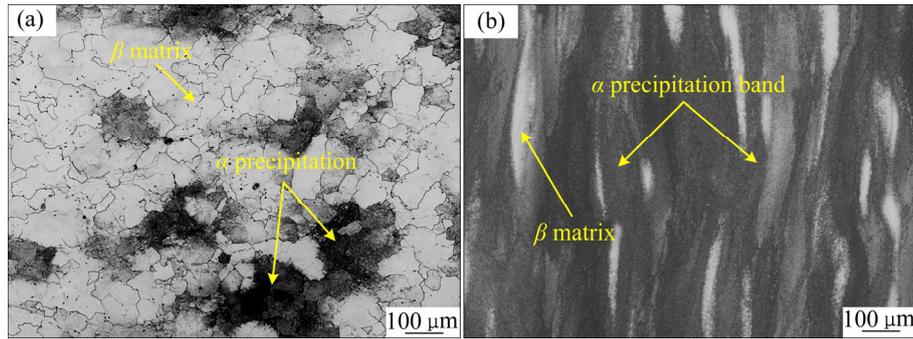


图 5 合金粉末固结锭坯和锻饼的金相组织

Fig. 5 OM microstructures of PM Ti-5553 alloy at different stages: (a) As-consolidated billet; (b) As-forged pancake

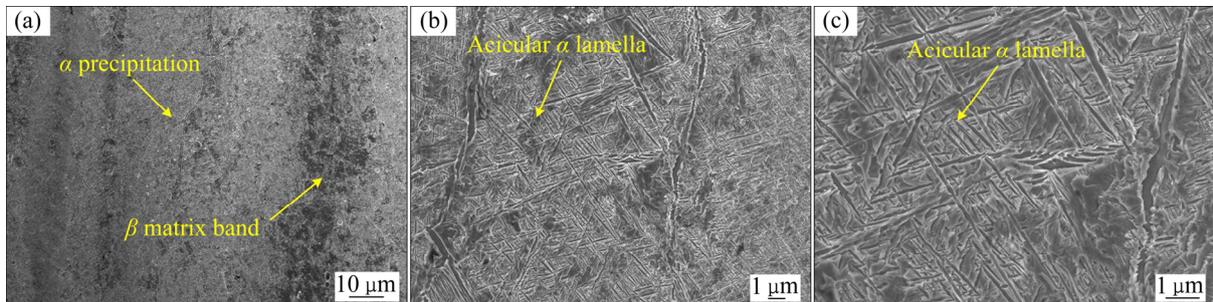


图 6 合金锻饼的扫描电镜微观组织(不同放大倍数)

Fig. 6 SEM microstructures of as-forged pancake at various magnification times: (a) Low magnification; (b) Middle magnification; (c) High magnification

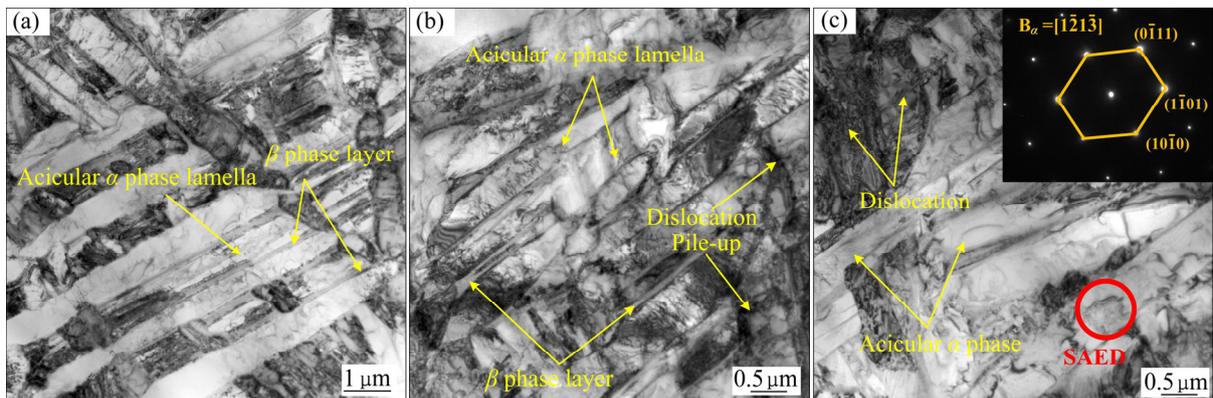


图 7 合金锻饼的透射电镜组织及选区电子衍射斑点(不同区域)

Fig. 7 TEM microstructures of as-forged pancake: (a) Phase distribution; (b) Dislocation configure; (c) Microstructure and SAED result

从 950 °C 以较快速率降低至室温(锻饼尺寸较小), 伴随着部分储存能与应力在组织中的不均匀释放, 不同尺寸的针状的马氏体相(同时固溶了大量 β 相稳定元素)逐渐以片层条带状聚集析出, 马氏体片层之间则被亚稳定 β 相(同时固溶了大量 α 相稳定元

素)填充。由于组织中仍有大量位错及其缠节与塞积, 这说明后续较快速率空冷过程中只有部分变形储存能被释放, 合金中残余变形能与残余应力仍然较高; 较高的残余变形能与残余应力也阻碍了 α 相的完全析出, 锻态组织仍处于非平衡态。

图8所示为合金锻饼经过不同温度一次退火热处理后的SEM组织,当热处理温度为600℃和650℃时(见图8(a₁)~(b₃)),合金组织由针状次生 α 相、晶界 α 相(沿被拉长的原始 β 晶界)以及分布在 α 相之间的 β 转变组织构成。当温度上升至700℃和750℃时(见图8(c₁)~(d₃)),次生 α 相的形态和含量与热处理温度较低时均有显著区别,次生 α 相的轴径比缩小,形态变为较为粗大的针状相、短棒状相和球状相, α 相的尺寸也增大。当温度上升至800℃和850℃时(见图8(e₁)~(f₃)),针状 α 相消失,完全被短棒状 α 相和球状 α 相取代, α 相的尺寸也进一步增大,但是 α 相的含量较700℃和750℃处理后的组织有所回落, α 相之间的组织被 β 相填充。

图9所示为合金经过700℃退火处理后的透射电镜组织照片,通过图9(a)~(b)可以看出大量粗大的针状次生 α 相和短棒状次生 α 相交错分布,在 α 相之间分布着带状和块状的 β 转变组织。通过图9(c)~(e)的局部组织放大图可看出, β 转变组织是由纳米级尺度的三次 α 相和残余的 β 相构成,此双相组成也通过选区电子衍射斑点得到了证实(见图9(f)),纳米级的三次 α 相在 β 转变组织内呈细针状交错分布,无显著方向性。组织中的位错密度与锻压态合金相比显著降低,且未观察到位错塞积,这说明残余的变形储存能和残余应力得到了完全释放,合金组织处于平衡态。

图10所示为合金经过800℃退火处理后的透射电镜组织照片,其组织特征与700℃退火后的透射组织特征相比有很大差异。通过图10(a)~(c)可以观察到合金组织主要由次生短棒状 α 相、球状 α 相、连续晶界 α 相和 β 相基体构成,组织中位错密度很低。除了晶界 α 相外,其他次生析出相尺寸较为接近,且在 β 相基体内没有其他三次析出相,这一单相结构也进一步通过选区电子衍射斑点得到了证实(见图10(b))。

结合锻压态合金(见图6、图7)和退火处理后合金(见图8、图9、图10)的微观组织表征结果,可分析得到热处理过程中合金内在的微观组织演变机理(示意图在图11中展示):当热处理温度为600℃和650℃时(见图11(a)),合金中固溶元素扩散重排,锻态组织中粗大马氏体相片层在退火过程中分解;大量位错开始滑移、位错缠节消散、形变储存能完全释放;退火后次生 α 相与锻压态组织之间有明显

的继承关系,在合金元素充分扩散以及马氏体相片层分解的基础上,较为细小次生 α 相在组织中析出,代替了原有的锻态马氏体相片层,同时也伴随着三次纳米级细针状 α 相在亚稳 β 相中的多取向析出,从而在次生 α 相之间形成 β 转变组织;被拉长的原始 β 晶界也成为 α 相的优先形核处,形成了晶界 α 相。当热处理温度为700℃和750℃时(见图11(b)),相比于600℃和650℃退火处理,较高的退火温度为元素扩散与重排提供更高的驱动力,进一步改变析出相的组织形态,使得部分新产生的细针状次生 α 相在锻压态马氏体相片层组织的基础上析出后,出现了一定的长大及静态球化趋势^[17-18];导致析出的细针状次生 α 相轴径比降低,产生部分短棒状次生 α 相和球状次生 α 相;与此同时,三次纳米级细针 α 相仍在亚稳 β 相中的多取向析出,可推测其尺寸相比低温退火时可能有所增加,使得残余 β 组织的含量相对较低。当热处理温度为800℃和850℃时(见图11(c)),由于退火温度的进一步提升,新产生的细针状次生 α 相在析出后将经历剧烈的静态球化和尺寸扩张过程,造成针状次生 α 大量被球化并长大为尺寸更大的短棒状和球状 α 相;较低温度下在次生 α 析出相之间产生的 β 转变组织的热稳定性相对较低,内部合金元素微观成分组成未处于完全平衡态;因此, β 转变组织中的三次纳米级细针 α 相会在退火温度过高时完全溶解,其中大量的 α 相稳定元素将重回 β 基体并进一步扩散至次生 α 相中,从而帮助其球化与长大,并使得高温退火后次生 α 之间只存在纯 β 组织。

2.3 力学性能及其优化机理

表2所示为粉末冶金Ti-5553合金在不同状态下的室温拉伸和显微硬度测试结果,图12则进一步给出了合金在不同状态下力学性能数据的变化折线图。总的来说,单道次锻压和一次退火热处理均对合金的各项力学性能有显著的影响。合金在粉末固结态下强度和硬度都较低,而且塑性变形能力很差;经过锻压后,合金的强度和硬度均有显著提升,其抗拉强度和显微硬度分别达到了1434 MPa和469 HV,但塑性仍然较差,断裂时应变仅有2.3%;经过热处理后,合金的强塑性匹配在一些条件下得到了优化。在600℃至750℃的热处理温度区间,合金强度和硬度随退火温度的升高缓慢降

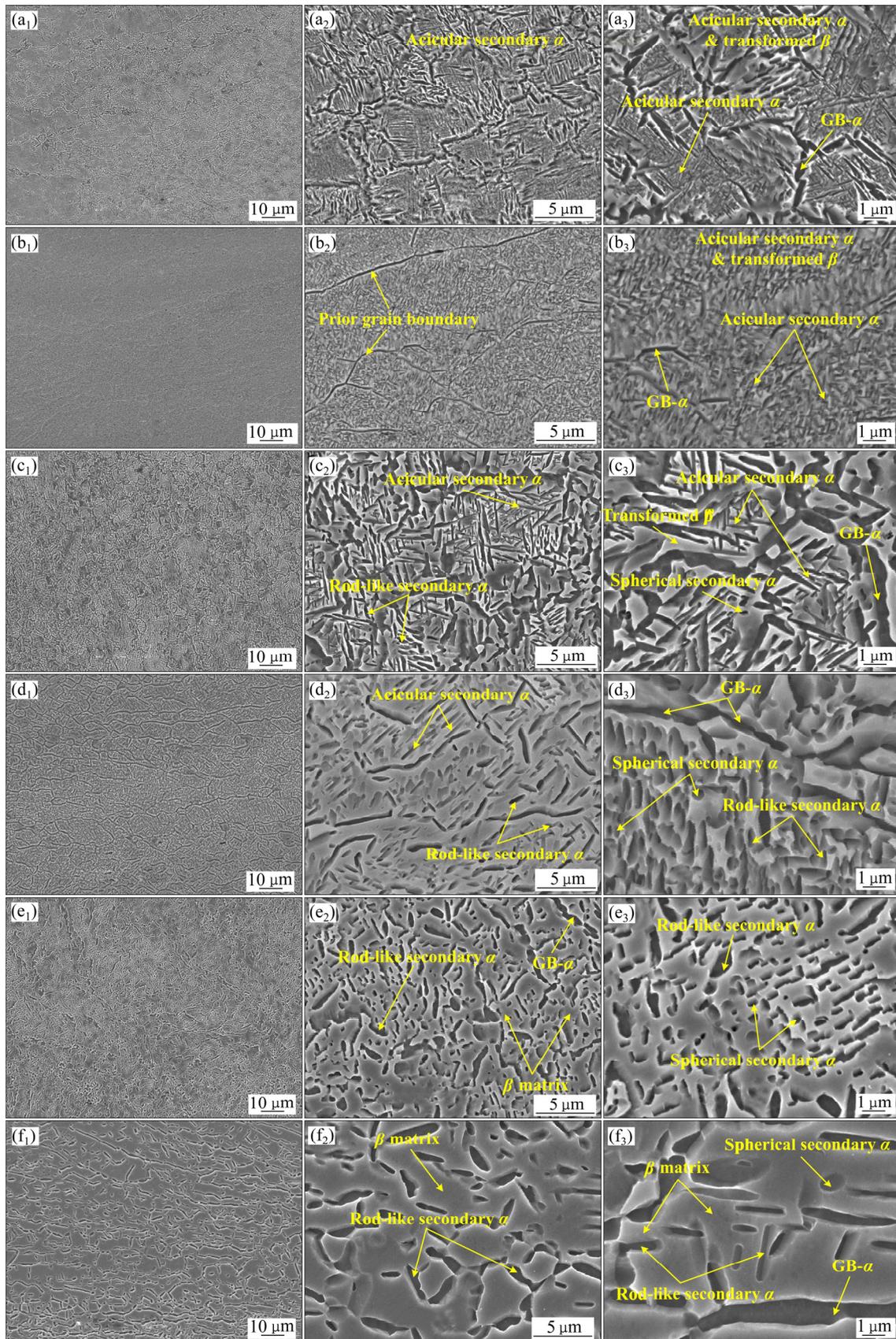


图 8 合金锻饼经过不同温度退火处理后的 SEM 微观组织

Fig. 8 SEM microstructures of as-forged pancake after heat treatment at various temperatures: (a₁)–(a₃) 600 °C; (b₁)–(b₃) 650 °C; (c₁)–(c₃) 700 °C; (d₁)–(d₃) 750 °C; (e₁)–(e₃) 800 °C; (f₁)–(f₃) 850 °C

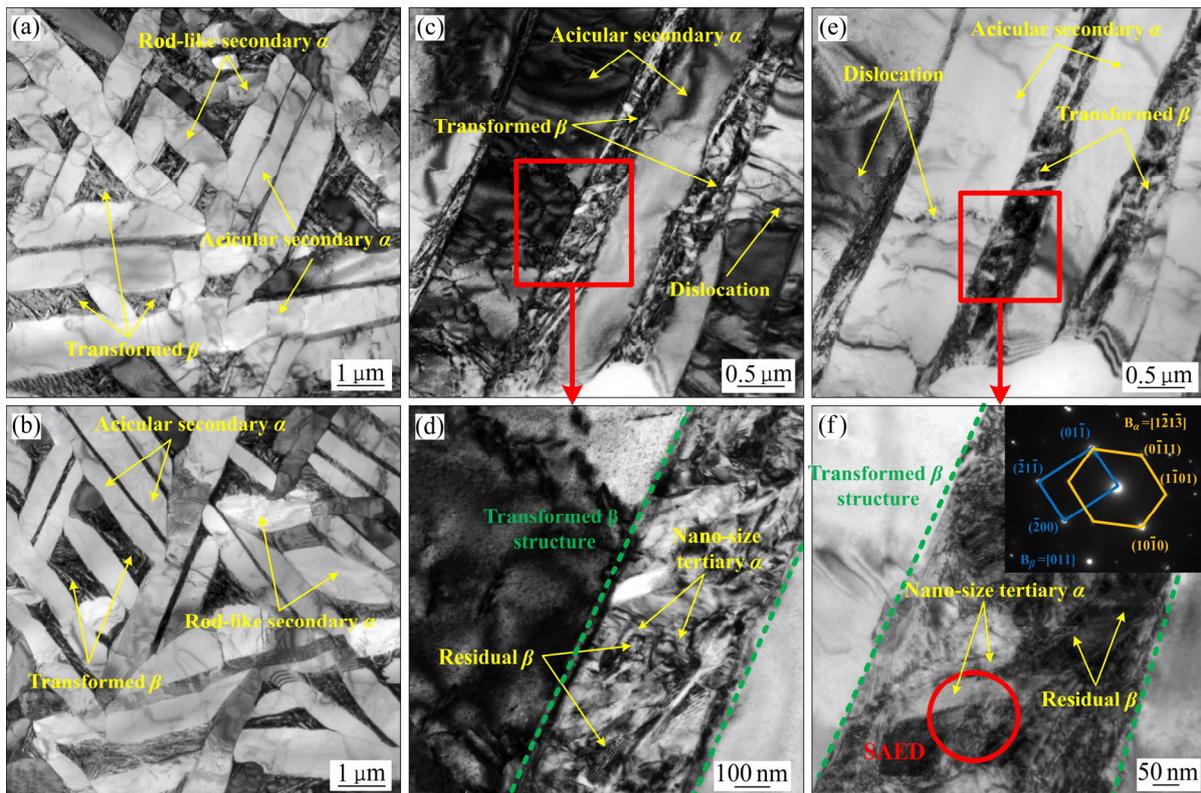


图9 合金经过 700 °C 退火处理后的透射电镜组织及选区电子衍射斑点(不同区域及放大倍数)

Fig. 9 TEM microstructures of as-forged alloy after heat treatment at 700 °C: (a), (b) Phase distribution; (c), (d) Phase constitution and local enlarged image; (e), (f) Detailed structure and SAED of transformed β

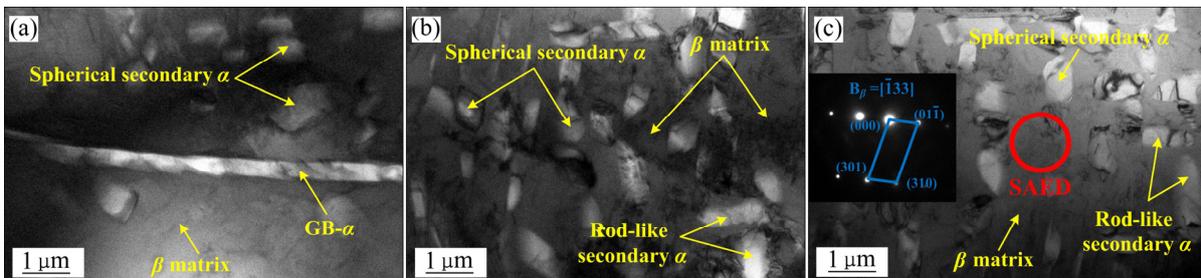


图10 合金经过 800 °C 退火处理后的透射电镜组织及选区电子衍射斑点(不同区域)

Fig. 10 TEM microstructures of as-forged alloy after heat treatment at 800 °C: (a), (b) Phase distribution; (c) Phase distribution and SAED result

低，而塑性逐渐提高；经过 700 °C 和 750 °C 退火处理后，合金展现出较为良好的强塑性匹配，抗拉强度和伸长率分别为 1335 MPa 和 6.6%、1215 MPa 和 7.2%；当热处理温度达到 800 °C 和 850 °C 时，合金的强度、硬度和塑性都出现了明显恶化，抗拉强度低于 1100 MPa，硬度低于 350 HV，塑性低于 5%。

图 13 所示为本研究中制备的低成本短流程粉末冶金 Ti-5553 合金(600~750 °C 退火后)与熔铸或

其他常见粉末冶金工艺(增材制造、热等静压、真空烧结)制备所得 Ti-5553 合金(及相近成分合金)^[19-27] 的室温拉伸性能(抗拉强度、伸长率)对比示意图。从图 13 可以观察到，在高强度(1200~1500 MPa)、中等塑性(3%~8%)范围内，本研究中合金的强塑性匹配与其他工艺制备的合金大致相当，达到了部分熔铸加工合金的水平，并超过了部分增材制造和真空烧结工艺制备的同成分合金。

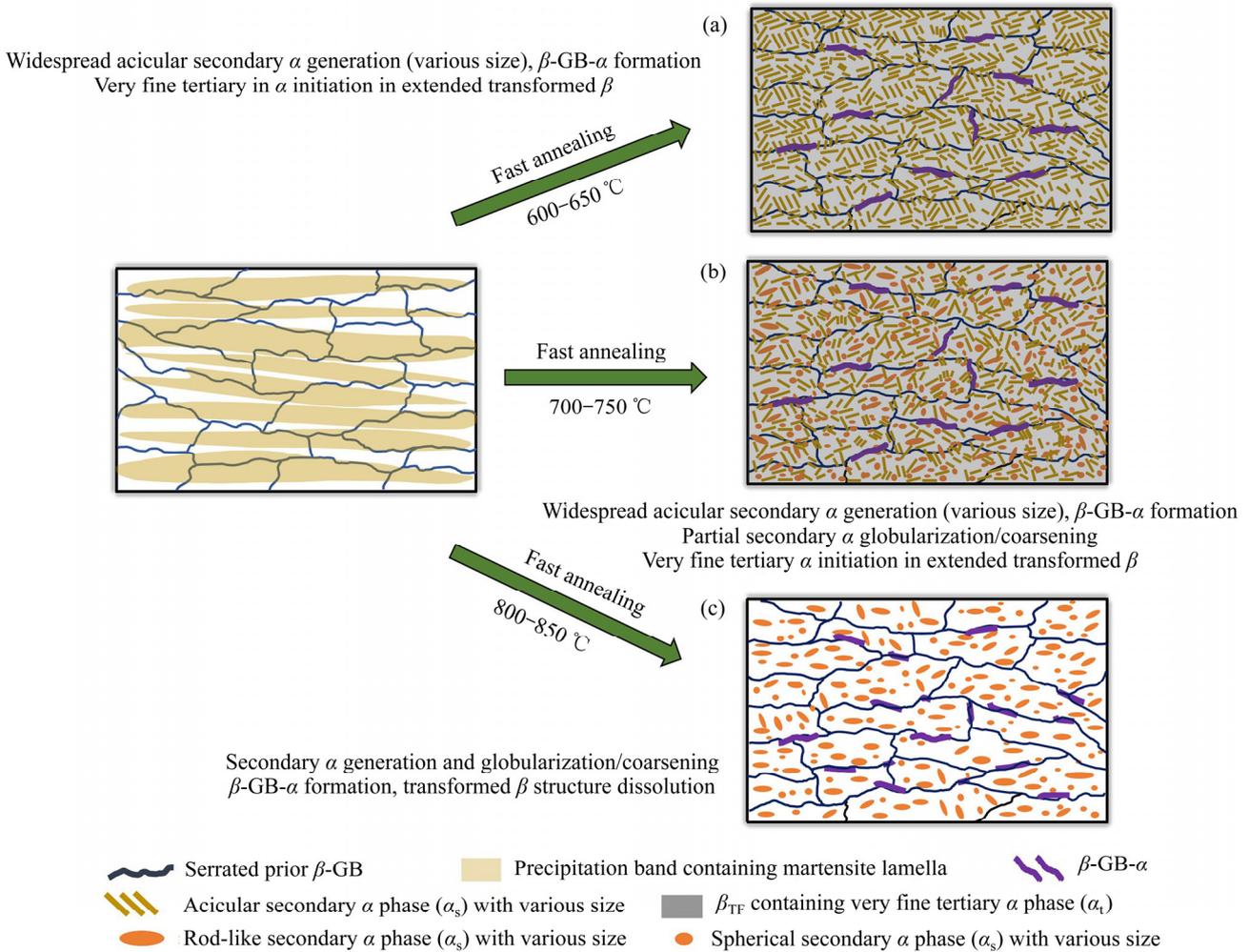


图 11 合金在不同温度一次退火热处理过程中微观组织演变机理示意图

Fig. 11 Schematic diagram demonstrating microstructural evolution mechanism of alloy during heat treatment at various temperature: (a) 600–650 °C; (b) 700–750 °C; (c) 800–850 °C

结合各阶段微观组织结构特征与性能变化趋势, 可以建立合金的组织-性能关系。粉末固结态合金是在高温下快速热压并在流动氩气中冷却成型, 由于锭坯尺寸较小, 冷却时间短, 这导致合金组织处于非平衡状态, 残余应力和位错密度高, 第二相仅呈团簇式部分析出。合金中这种团簇式分布的第二相已被前期研究证实可导致合金在塑性变形开始阶段的早期断裂^[28], 所以固结态合金的各项力学性能较差。经过锻造后, 晶粒结构改变, 组织中残余微孔闭合, 马氏体第二相大量析出, 这使得锻态合金的强度显著提升; 但由于第二相种类、形态和尺寸单一, 残余应力未完全释放, 其塑性仍然较差。经过退火后, 次生 α 相完全析出, 且种类和形态都得到了丰富, 残余应力得以释放, 使合金的强塑性匹配得到了优化。当退火温度为 600 °C 和

650 °C 时, 由于针状 α 相尺寸过小, 合金的塑性仅得到了不显著的改善。当退火温度为 700 °C 和 750 °C 时, 多方向生长的细针状 α 相、晶界 α 相、球状 α 相、短棒状 α 相和 β 转变组织中纳米级 α 相的共同存在组成了多级析出的组织结构, 提供了大量不同结构的 α/β 相界面和亚结构, 有效阻碍位错的攀滑, 稳固了合金的力学性能强化效果^[29-30]。同时, 这种多级析出结构还能容纳、承载位错和变形, 提高了合金均匀协调应变的能力, 从而提升合金的塑性至可接受水平。当退火温度升高至 800 °C 和 850 °C 时, 第二相的种类和形态的丰富度减小、多极化析出特征消失, 仅有不同球化及长大程度的球状 α 相和短棒状 α 相, α/β 界面提供的强化效果大大削弱, 同时组织容纳位错与应变的能力也显著降低, 导致合金的强度和塑性都再次恶化。

表 2 不同状态下合金的力学性能数据

Table 2 Mechanical properties for alloy at various stages

Alloy condition	Yield stress, YS/MPa	Ultimate tensile stress, UTS/MPa	Strain at failure, $\epsilon_f/\%$	Microhardness, MH (HV)
As-consolidated	853	913	2.4	357
As-forged	1333	1434	2.5	469
600 °C-annealed	1325	1410	3.4	453
650 °C-annealed	1295	1360	4.3	442
700 °C-annealed	1255	1335	6.6	432
750 °C-annealed	1138	1215	7.2	398
800 °C-annealed	1062	1078	4.7	342
850 °C-annealed	935	1008	2.9	325

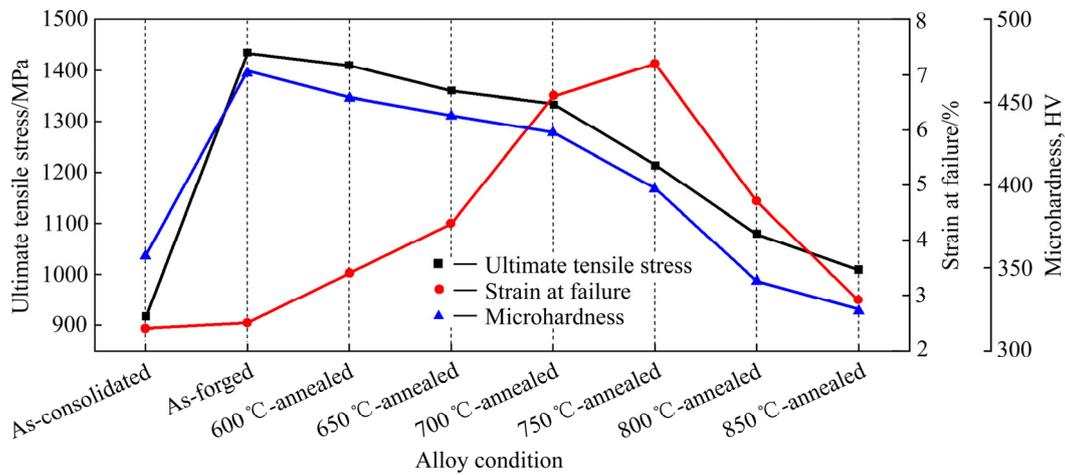


图 12 合金在不同状态下力学性能数据(抗拉强度、断裂时应变、显微硬度)的变化折线图

Fig. 12 Line chart showing mechanical property variation for alloy at various stages

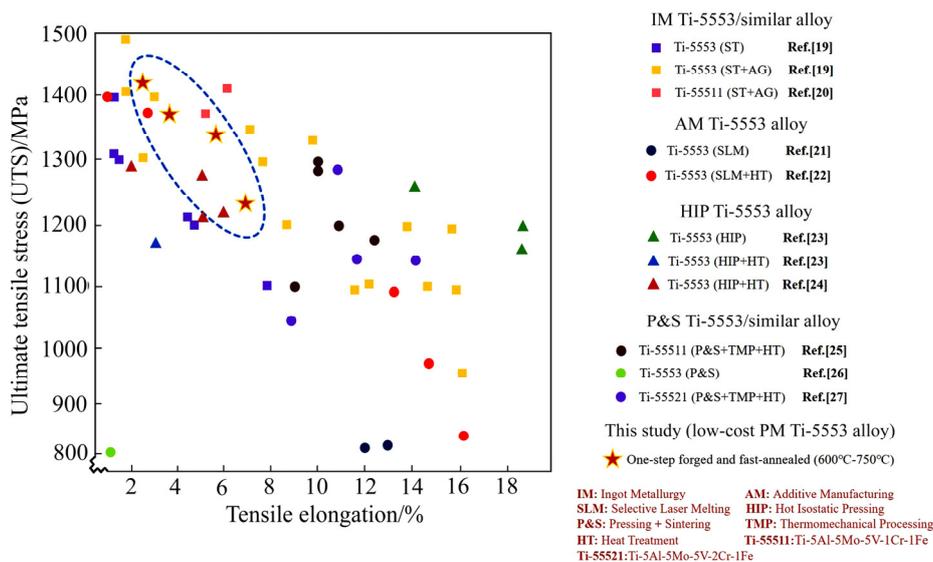


图 13 本研究中制备的 Ti-5553 与熔铸或其他粉末冶金工艺制备所得 Ti-5553 合金(及相近成分合金)^[19-27]室温拉伸性能(抗拉强度、伸长率)对比示意图

Fig. 13 Comparison of tensile properties (UTS and tensile elongation) between Ti-5553 alloy in this study and Ti-5553 alloys (or alloys with similar nominal compositions) manufactured via IM and other PM approaches^[19-27]

3 结论

1) 设计和采用了低成本短流程粉末冶金固结工艺, 在 1275 °C 的温度下通过流动氩气保护快速热压法, 制备了亚稳 β 型 Ti-5553 合金, 所得固结态合金晶粒较细, 相对密度达到 98%, 宏微观组织均匀, 无未溶解的粉末颗粒, 无明显缺陷。

2) 经过单向单道次的锻压, 合金实现全致密化, 合金组织得以重塑, 抗拉强度和显微硬度分别提升至 1434 MPa 和 469 HV。

3) 快速退火处理后, 合金的微观组织和力学性能得以调控和优化, 其微观组织和力学性能都对热处理温度的变化有较高的敏感性。

4) 当热处理温度为 700 °C 和 750 °C 时, 合金展现出较为良好的强塑性匹配, 抗拉强度和伸长率分别为 1335 MPa 和 6.6%、1215 MPa 和 7.2%, 原因是多级析出 α 相的组织结构可同时稳固合金的力学性能强化效果和提高合金的均匀协调应变能力, 使合金具有高强度和可接受的塑性。

REFERENCES

- [1] 金和喜, 魏克湘, 李建明, 等. 航空用钛合金研究进展[J]. 中国有色金属学报, 2015, 25(2): 280–292.
JIN He-xi, WEI Ke-xiang, LI Jian-ming, et al. Research development of titanium alloy in aerospace industry[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2015, 25(2): 280–292.
- [2] 赖敏杰, 李金山. 亚稳 β 钛合金的变形孪晶和应力诱发相变[J]. 中国有色金属学报, 2019, 29(9): 2185–2191.
LAI Min-jie, LI Jin-shan. Deformation twinning and stress-induced phase transformation in metastable β titanium alloys[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2019, 29(9): 2185–2191.
- [3] 陈福文, 张晓泳, 李志友, 等. Ti-55531 近 β 钛合金的冷轧行为及其对后续时效组织的影响[J]. 中国有色金属学报, 2013, 23(z1): 75–80.
CHEN Wen-fu, ZHANG Xiao-yong, LI Zhi-you, et al. Cold rolling and its effect on aged microstructure of Ti-55531 near β titanium alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2013, 23(z1): 75–80.
- [4] 周伟, 葛鹏, 卢金文, 等. Ti-1300 钛合金热处理后拉伸性能的回归分析[J]. 中国有色金属学报, 2013, 23(z1): 424–428.
ZHOU Wei, GE Peng, LU Jin-wen, et al. Regression analysis of tensile properties of Ti-1300 alloy after heat treatment[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2013, 23(z1): 424–428.
- [5] 张崇乐, 包翔云, 张金钰, 等. 亚稳态 β 钛合金的成分设计、变形机制与力学性能研究进展[J]. 稀有金属材料科学与工程, 2021, 50(2): 717–724.
ZHANG Chong-le, BAO Xiang-yun, ZHANG Jin-yu, et al. Research progress on composition design, deformation mechanism and mechanical properties of metastable β titanium alloy[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2021, 50(2): 717–724.
- [6] 张瑞雪, 马英杰, 黄森森, 等. 固溶时间对 Ti-5553 显微组织及拉伸性能的影响[J]. 稀有金属材料科学与工程, 2020, 49(3): 985–989.
ZHANG Rui-xue, MA Ying-jie, HUANG Sen-sen, et al. Effect of solution time on microstructures and mechanical properties of Ti-5553 alloy[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2020, 49(3): 985–989.
- [7] FANNING J C. Properties of TIMETAL 555 (Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-0.6Fe)[J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2005, 14(6): 788–791.
- [8] FAN Jiang-kun, LI Jing-shan, ZHANG Yu-dong, et al. Formation and crystallography of nano/ultrafine-trimorphic structure in metastable β titanium alloy Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-0.5Fe processed by dynamic deformation at low temperature[J]. Materials Characterization, 2017, 130: 149–155.
- [9] FANG Zhi-gang, PARAMORE J D, SUN Pei, et al. Powder metallurgy of titanium-past, present, and future[J]. International Materials Reviews, 2018, 63(7): 407–459.
- [10] 黄伯云, 韦伟峰, 李松林, 等. 现代粉末冶金材料与技术进展[J]. 中国有色金属学报, 2019, 29(9): 1917–1933.
HUANG Bai-yun, WEI Wei-feng, LI Song-lin, et al. Development of modern powder metallurgy materials and technology[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2019, 29(9): 1917–1933.
- [11] DEVARAJ A, JOSHI V V, SRIVASTAVA A, et al. A low-cost hierarchical nanostructured beta-titanium alloy with high strength[J]. Nature Communications, 2016, 7: 11176.
- [12] CUI Chun-xing, HU Bao-min, ZHAO Li-cheng, et al. Titanium alloy production technology, market prospects and industry development[J]. Materials & Design, 2011, 32(3):

- 1684–1691.
- [13] NIU H Z, ZHANG H R, SUN Q Q, et al. Breaking through the strength-ductility trade-off dilemma in powder metallurgy Ti-6Al-4V titanium alloy[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2019, 754: 361–369.
- [14] YANG F, GABBITAS B. Feasibility of producing Ti-6Al-4V alloy for engineering application by powder compact extrusion of blended elemental powder mixtures[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2017, 695: 1455–1461.
- [15] ZHAO Qin-yang, YANG Fei, TORRENS Rob, et al. Comparison of hot deformation behaviour and microstructural evolution for Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr alloys prepared by powder metallurgy and ingot metallurgy approaches[J]. *Materials & Design*, 2019, 169: 107682.
- [16] ZHAO Qin-yang, YANG Fei, TORRENS R, et al. Evaluation of the hot workability and deformation mechanisms for a metastable beta titanium alloy prepared from powder[J]. *Materials Characterization*, 2019, 149: 226–238.
- [17] XU Jian-wei, ZENG Wei-dong, MA Hao-yuan, et al. Static globularization mechanism of Ti-17 alloy during heat treatment[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2018, 736: 99–107.
- [18] XU Jian-wei, ZENG Wei-dong, ZHANG Xiao-yong, et al. Analysis of globularization modeling and mechanisms of alpha/beta titanium alloy[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2019, 788: 110–117.
- [19] SHEKHAR S, SARKAR R, KAR S K, et al. Effect of solution treatment and aging on microstructure and tensile properties of high strength β titanium alloy Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr[J]. *Materials & Design*, 2015, 66: 596–610.
- [20] FAN Jiang-kun, KOU Hong-chao, HUA Ke, et al. Microstructure and mechanical property correlation and property optimization of a near β titanium alloy Ti-7333[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2016, 682: 517–524.
- [21] SCHWAB H, PLAM F, KUHN U, et al. Microstructure and mechanical properties of the near-beta titanium alloy Ti-5553 processed by selective laser melting[J]. *Materials & Design*, 2016, 105: 75–80.
- [22] CARLTON H D, KLEIN K D, ELMER J W. Evolution of microstructure and mechanical properties of selective laser melted Ti-5Al-5V-5Mo-3Cr after heat treatments[J]. *Science and Technology of Welding and Joining*, 2019, 24: 465–473.
- [23] PEREVOSHCHIKOVA N, HUTCHINSON C R, WU X. The design of hot-isostatic pressing schemes for Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr (Ti-5553)[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2016, 657: 371–382.
- [24] GAO Jian-shu. Understanding the relationship between microstructure and mechanical properties in HIPped Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr[D]. Birmingham, UK: University of Birmingham, 2018.
- [25] AHMED M, SAVVAKIN D G, IVASISHIN O M, et al. The effect of ageing on microstructure and mechanical properties of powder Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe alloy[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2014, 605: 89–97.
- [26] RAYNOVA S, IMAM M A, YANG F, et al. Hybrid microwave sintering of blended elemental Ti alloys[J]. *Journal of Manufacturing Processes*, 2019, 39: 52–57.
- [27] AHMED Mansur, LI Tong, CASILLAS Gilberto, et al. The evolution of microstructure and mechanical properties of Ti-5Al-5Mo-5V-2Cr-1Fe during ageing[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2015, 629: 260–273.
- [28] ZHAO Qin-yang, YANG Fei, TORRENS Rob, et al. In-situ observation of the tensile deformation and fracture behaviour of powder-consolidated and as-cast metastable beta titanium alloys[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2019, 750: 45–59.
- [29] ZHU Wen-guang, LEI Jia, TAN Chang-sen, et al. A novel high-strength β -Ti alloy with hierarchical distribution of α -phase: The superior combination of strength and ductility[J]. *Materials & Design*, 2019, 168: 107640.
- [30] ZHU Wen-guang, LEI Jia, ZHANG Zhi-xin, et al. Microstructural dependence of strength and ductility in a novel high strength β titanium alloy with Bi-modal structure[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2019, 762: 138086.

Workability, microstructure evolution and property variation of powder metallurgy metastable β titanium alloy manufactured by fast consolidation and processing approach

ZHAO Qin-yang¹, XU Yi-ku¹, CHEN Yong-nan¹, Rob TORRENS², Leandro BOLZONI², Fei YANG²

(1. School of Materials Science and Engineering, Chang'an University, Xi'an 710064, China;

2. Waikato Centre for Advanced Materials and Manufacturing, University of Waikato,
Hamilton 3240, New Zealand)

Abstract: A fast and cost-affordable processing route has been designed to manufacture powder metallurgy metastable β titanium alloy Ti-5553, containing rapid powder consolidation, one-step thermomechanical processing and fast heat treatment. Microstructure evolution mechanism, property optimization mechanism and microstructure-property relationship of the alloy during whole processing route were uncovered and elucidated thoroughly. The results show that the homogeneous macrostructure with high relative density but without obvious defects is achieved for the alloy after thermomechanical powder consolidation. The microstructure and mechanical properties of the processed alloy show high sensitivity to the heat treatment temperature. Specifically, the microstructural regulating and mechanical property optimization are successfully realized after one-step forging and fast annealing for one hour, with satisfactory strength(YS)-ductility(ϵ_t) combinations of 1335 MPa and 6.6% at 700 °C, and 1215 MPa and 7.2% at 750 °C, respectively. It is deduced that the hierarchical precipitation structure can stabilize the strengthening effect and improve the compatible deformation ability, which is beneficial for the concurrent high strength and moderate ductility.

Key words: powder metallurgy; metastable β titanium alloy; cost-effective; thermomechanical processing; microstructure

Foundation item: Project(2020-zdxx04-01-02) supported by the Science and Technology Major Project of Shaanxi Province, China; Projects(2021KW-18; 2020ZDLGY12-03) supported by the Key Research Plan of Shaanxi Province, China; Project(YESS20200335) supported by the Young Talents Promotion Project of China Association for Science and Technology(CAST)

Received date: 2021-04-12; **Accepted date:** 2021-07-07

Corresponding author: ZHAO Qin-yang; Tel: +86-15029095873; E-mail: zqy@chd.edu.cn

(编辑 何学锋)