

淬火态 TC4 合金热循环硬化行为及断口特征^①

耿洪滨 何世禹 雷廷权

(哈尔滨工业大学材料科学与工程学院, 哈尔滨 150001)

摘 要 在 77~ 623 K 对淬火态 TC4 合金进行了热循环试验, 测定了合金热循环后的硬度, 并与 623 K 时效合金的硬度进行了对比; 还观察了拉伸试样断口形貌。结果表明: 热应力能加速亚稳相的分解, 使合金中的位错密度升高, 层错和形变孪晶的数量增多; 循环温度场作用下淬火态合金拉伸试样断口由韧窝型断裂向韧窝和撕裂棱混合型断裂转变。

关键词 钛合金 热循环 硬度

TC4 钛合金有较高的比强度和热强度, 被广泛应用于航空航天领域^[1]。该合金在服役期间, 常常要经受较大温度差的热循环作用^[2, 3], 若合金长期经受热循环作用, 一方面可能诱发亚稳组织转变, 另一方面必然产生热应力应变, 而这种热应力应变往往对材料的组织结构造成损伤, 导致材料的性能下降, 甚至发生热疲劳断裂^[4~ 8]。但有关钛合金在循环温度场作用下的硬化行为和断裂特征尚很少见诸报导。本文研究了淬火态 TC4 合金在循环温度场作用下的硬化行为和断口形貌, 讨论了热应力对合金组织结构和断裂特征的影响。

1 试验材料与方法

选用 $d30\text{ mm}$ 的 TC4 合金热轧棒材, 用线切割法沿轧向截取板状试样, 其化学成分为: 6.29% Al, 4.04% V, 0.27% Fe, 0.10% Si, 0.040% N, 0.09% C, 0.13% O, 0.0110% H, 余量 Ti。热处理淬火温度为 1223 K, 保温时间 15 min, 水淬和时效温度分别为 623 K 和 813 K。热循环试验用空气炉加热, 保温时间 5 min, 液态氮浸冷, 保持 1 min。试样经热处理和热循环后磨去约 0.2 mm 厚的表面污染层, 拉伸试样标距最终尺寸为: $20\text{ mm} \times 5\text{ mm} \times 2$

mm。在室温下测定合金的拉伸应力-应变曲线, 应变速率为 $1.6 \times 10^{-3}/\text{s}$ 。

透射电镜薄膜试样用双喷电解法制备, 电解液配比(体积比)为: 甲醇: 正丁醇: 高氯酸 = 10: 6: 1, 直流电压为 20 V, 电解液温度不超过 $-40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。用 Philips EM420 透射电镜分析合金的组织, 加速电压为 120 kV。

试样相组成分析在日本理学电机(Rigaku) D/max-rB X 射线衍射仪上进行。试验条件: $\text{Cu K}\alpha$, Ni 滤波片; 管电压 50 kV, 管电流 50 mA; 狭缝尺寸 $\text{DS} = 1^{\circ}$, $\text{RS} = 0.3$, $\text{SS} = 1^{\circ}$; 扫描速度 $0.1(^{\circ})/\text{min}$ 。

2 试验结果与讨论

2.1 淬火态合金热循环前后的显微组织

图 1(a) 为 1223 K 加热淬火合金显微组织, 由初生的块状 α 相和针状 α' 相组成, 前者的体积分数约为 23%。初生 α 相和 α' 相均较细小, 位错密度均较低, 位错也较平直, 没有观察到形变孪晶的存在。热循环后, 淬火态合金中一部分初生 α 和 α' 相中的位错密度显著提高。而且初生 α 相中的位错除少数呈团状缠结之外, 大部分为规则的位错列或位错网。

图 1(b) 是 1223 K 淬火合金 3000 次热循

① 收稿日期: 1996-05-18; 修回日期: 1996-10-09

耿洪滨, 男, 33 岁, 博士, 讲师

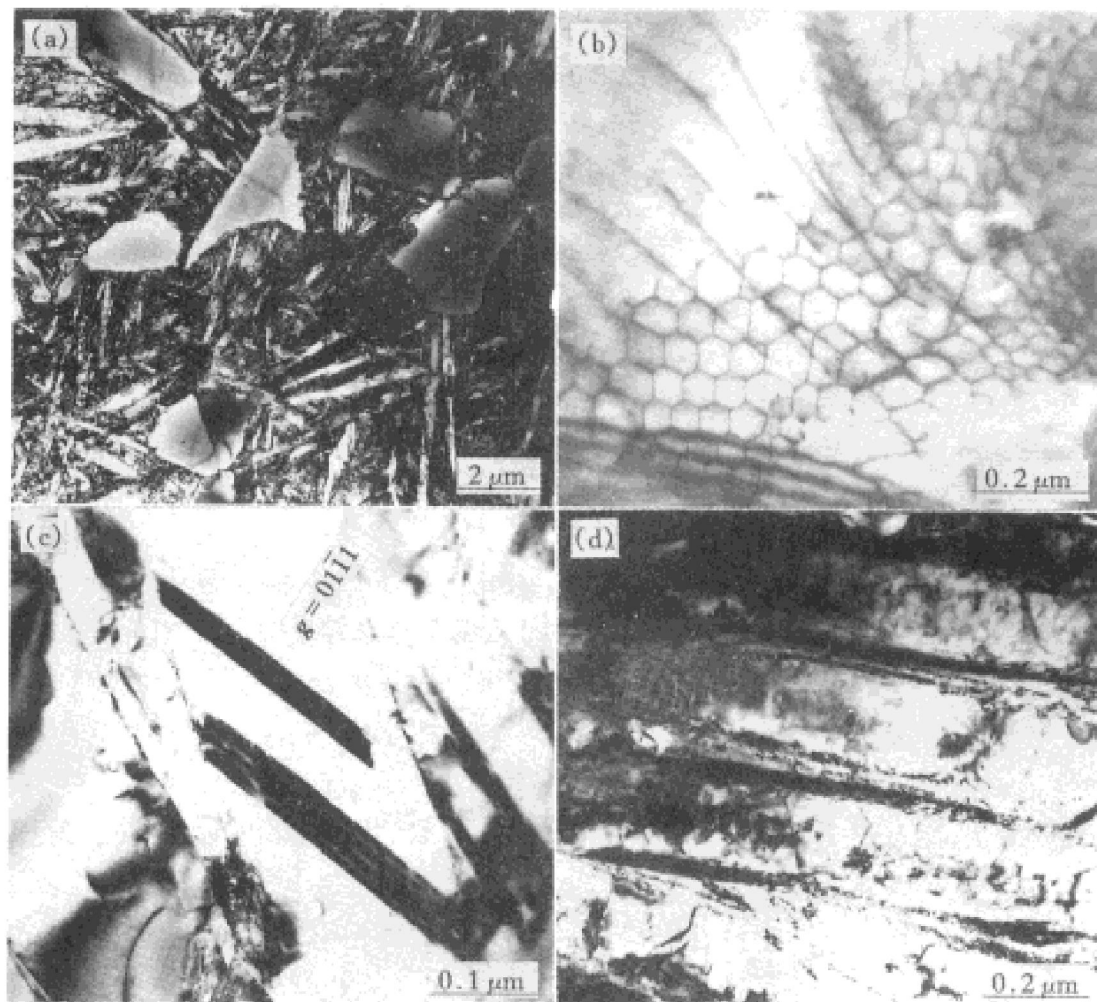


图 1 1223 K 淬火合金热循环前后的 TEM 显微像

(a) $-N=0$, 初生 $\alpha + \alpha'$; (b) $-N=3000$, 初生 α 中位错; (c) $-N=1000$, α' 中的孪晶; (d) $-N=3000$; $\alpha + \beta$

环后初生 α 相中的位错组态。随着热循环次数的增加, α' 相中层错和形变孪晶的数量不断增加, 其中大部分孪晶属于 $(10\bar{1}1)$ 类型。

图 1(c) 显示了 1223 K 淬火合金 1000 次热循环后 α' 相中的形变孪晶形态。同时, 随着热循环次数的增加, α' 相不断发生分解, 在 α' 相内和 α' 相界处析出 α 和 β 相。这些 α 和 β 相随着热循环的进行主要沿 α' 相界面处聚集长大, 最后沿 α' 相界处形成网络。

图 1(d) 显示了 1223 K 淬火合金 3000 次热循环后 α 和 β 析出相的分布形态, 此时几乎所有的 α' 相界都被 α 和 β 析出相所镶嵌。

X 射线衍射分析也表明淬火态合金热循环过程中有 β 相析出。图 2 是 1223 K 淬火试样经 3000 次热循环前后的衍射谱。

2.2 623 K 时效合金显微组织

随着时效时间的增加, α' 不断发生分解, 在 α' 相内和 α' 相界处析出 α 和 β 相。这些 α 和 β 相最后沿 α' 相界处形成网络(图 3)。可见 623 K 时效 250 h 和淬火态合金 3000 次热循环后这两种状态的组织就组成相的种类和分布形态而言极其相似, 都是由初生 α 相、部分分解的 α' 相以及由 α' 相析出的 α 和 β 相组成, α 和 β 相都已沿 α' 相界处连成网状, 只是 623 K 时效 250 h 的合金中, α' 相内也有少量的 α 和 β 相。导致这两种状态的组织相似的原因可能是由于经 3000 次热循环作用也相当于在 623 K 停留 250 h, 两种状态的组织的最大差别表现在位错的密度和组态以及层错和形变孪晶的数量上。对 623 K 时效 250 h 的合金, 各组成相中

的位错密度均较低, 层错和形变孪晶的数量也很少, 而对 3 000 次热循环后的合金, 初生 α 相中已形成稳定的位错网络, α' 相中也形成较多的层错和形变孪晶, 这种差别主要由热应力引起。

热应力可以通过如下几种方式得到释放: 当由热应力引起的两相间的弹性错配应变足

够大时, 即在相界处向相内不断地发射位错, 而形成规则位错列这种组态; 当晶体取向不利使得位错难以激活时, 便先形成层错或形变孪晶。

2.3 淬火态合金的热循环和时效硬化曲线

在本实验条件下, 每进行一次热循环, 试样在 623 K 停留约 5 min, 按这一比值, 将热循环次数换算成在 623 K 停留的时间, 把热循环后合金的硬度绘制在时效硬化曲线图上(图 4)。在 623 K 时效时, 合金的硬化峰较高, 对应硬化峰的时效时间也较长, 过时效后合金硬度下降缓慢。淬火态合金热循环后的硬度也表现出类似的变化规律, 淬火态合金的硬度随着热循环次数的增加而逐渐升高, 经 1 000 次热循环后, 合金的硬度达到最高值 HV419。此后, 合金的硬度随着热循环次数的增加而逐渐下降, 经 3 000 次热循环后, 合金的硬度已降到 HV390。与在 623 K 时效相比, 热循环后的硬化峰较低, 对应在 623 K 累积停留的时间也较短, 过峰值后硬度的下降也较快。在 813 K 时效时, 合金的硬化峰最低, 对应硬化峰的时

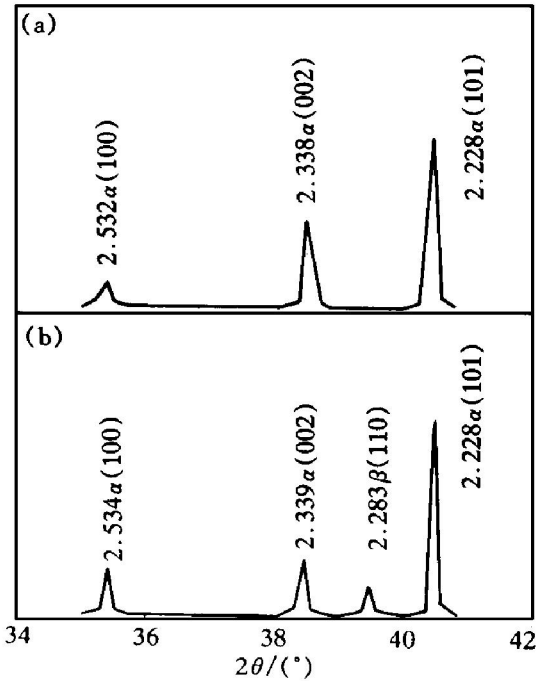


图 2 1 223 K 淬火合金分别进行热循环 0 次与 3 000 次的 X 衍射谱
(a) — $N=0$ 次; (b) — $N=3\,000$ 次

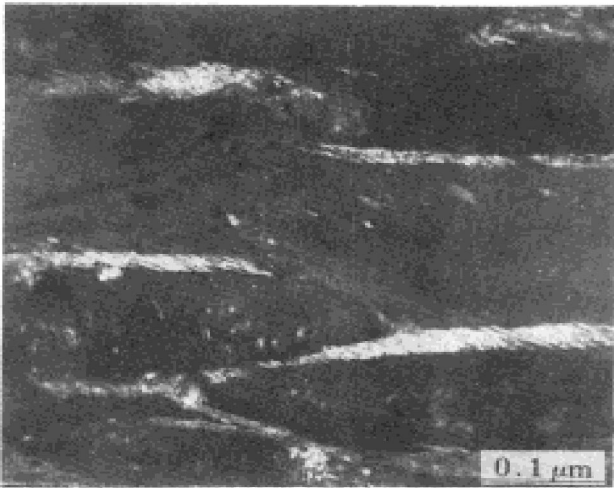


图 3 623 K 时效 250 h 合金的 TEM 显微像

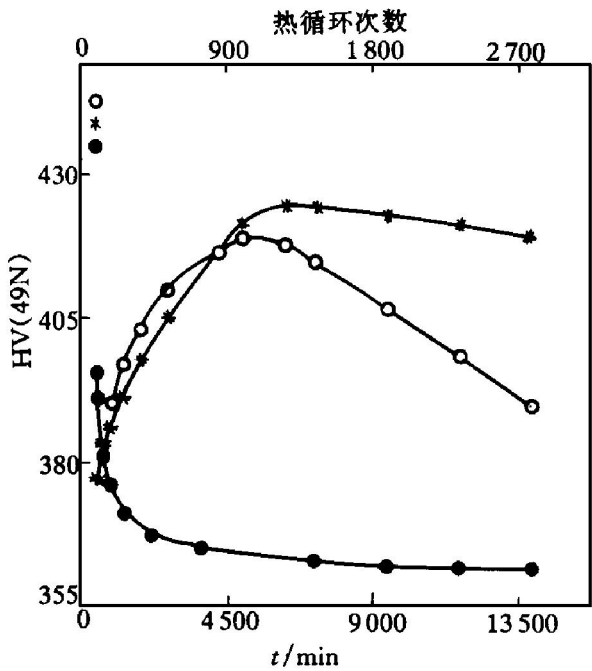


图 4 1 223 K 淬火合金热循环和时效硬化曲线
○—循环温度 623~77 K;
* —时效温度 623 K; ●—时效温度 813 K

效时间也最短(约为 30 min), 过时效后合金硬度下降也最快。

可见循环温度场作用下淬火态合金的硬化速率介于 623 K 和 813 K 时效这两者之间。对于 Ti-6Al-4V 合金在 813 K 时效时, 由于温度较高, 合金元素既可以通过置换式扩散又可以通过间隙式扩散来重新分布; 而在 623 K 元素的置换式扩散几乎被完全冻结了, 但在这一温度下, 若有晶格错配而引起的弹性应变能作为元素扩散的额外驱动力, 则小范围的元素重新分布是可能进行的^[9]。热循环过程中合金相中产生的热应力引起的弹性应变能就提供了元素扩散所需的这种额外驱动力, 因而热应力加速了亚稳相的分解过程, 并以此方式得到释放。

2.4 淬火态合金热循环后的拉伸应力-应变曲线

图 5 是在 1223 K 淬火的合金经不同的热循环后的拉伸应力-应变曲线。从这 4 条曲线可以看出该淬火态合金热循环后的拉伸变形具有如下特点: 经一定次数(小于 1000 次)热循环后, 应力-应变曲线上弹性变形阶段延长, 合金弹性模量(直线段倾角)增大; 经 3000 次

热循环后, 合金的弹性模量不再增加, 但弹性变形阶段缩短。对多相合金, 其弹性模量由合金中存在相的种类和相的体积分数以及这些相各自的弹性模量大小所决定^[9, 10]。拉伸应力-应变曲线的变化表明, 淬火态合金经热循环后合金中的相种类或相体积分数有较明显的变化。

2.5 淬火态合金热循环前后拉伸试样断裂特征

1223 K 淬火合金热循环作用前的拉伸试样断口形貌是典型的韧窝型断裂(图 6(a))。断口表面有两类韧窝, 其中一类韧窝尺寸稍大, 被略小一些的韧窝分开, 小韧窝约占断口表面的 80%, 一些韧窝中还有成核粒子与之结合在一起。用扫描电镜所配的俄歇能谱仪对粒子的成分进行了分析。发现小韧窝中的粒子富集钒元素, 而大韧窝中的粒子富集铝元素。这表明大韧窝是由初生 α 相断裂形成, 小韧窝是由 α' 相断裂形成。韧窝的分布十分均匀, 表明该淬火态合金的塑性很高。该淬火态合金经热循环作用后, 其拉伸试样断口特征为: 表面主要由大小不均的韧窝和少量撕裂棱组成, 属于韧窝和部分准解理型断裂。图 6(b)、(c) 分别是 1223 K 淬火合金经 1000 次和 3000 次热循环后的拉伸试样断口形貌。

上述结果表明, 热循环对淬火态合金拉伸试样断口形貌有显著影响, 随着热循环次数的增加, 淬火态合金拉伸试样断口特征由细小均匀分布的韧窝向由大小不均匀的韧窝和撕裂棱混合型转变, 这与淬火态合金的塑性随着热循环次数的增加而下降相对应。

3 结论

(1) 热应力加速了亚稳相的分解过程, 并使合金中的位错密度升高, 层错和形变孪晶的数量增多。

(2) 循环温度场作用下淬火态 TC4 合金拉伸试样断口由细小均匀分布的韧窝向由大小不均匀的韧窝和撕裂棱混合型转变。

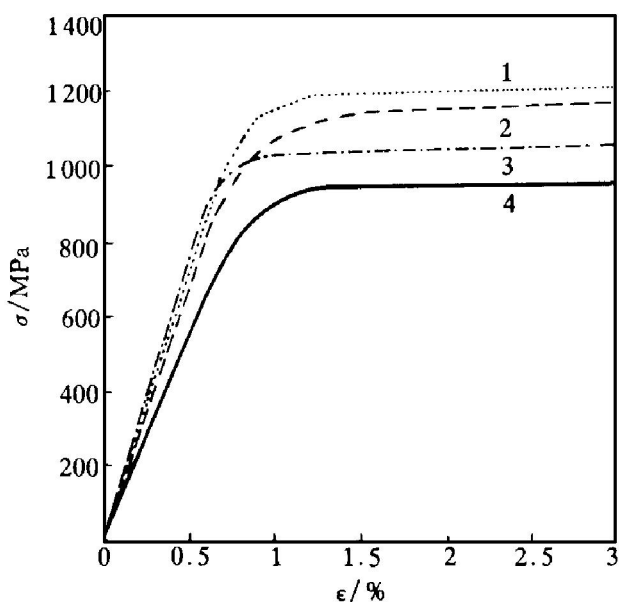


图 5 1223 K 淬火合金经不同的热循环后
拉伸应力-应变曲线
1— $N=0$ 次; 2— $N=100$ 次;
3— $N=1000$ 次; 4— $N=3000$ 次

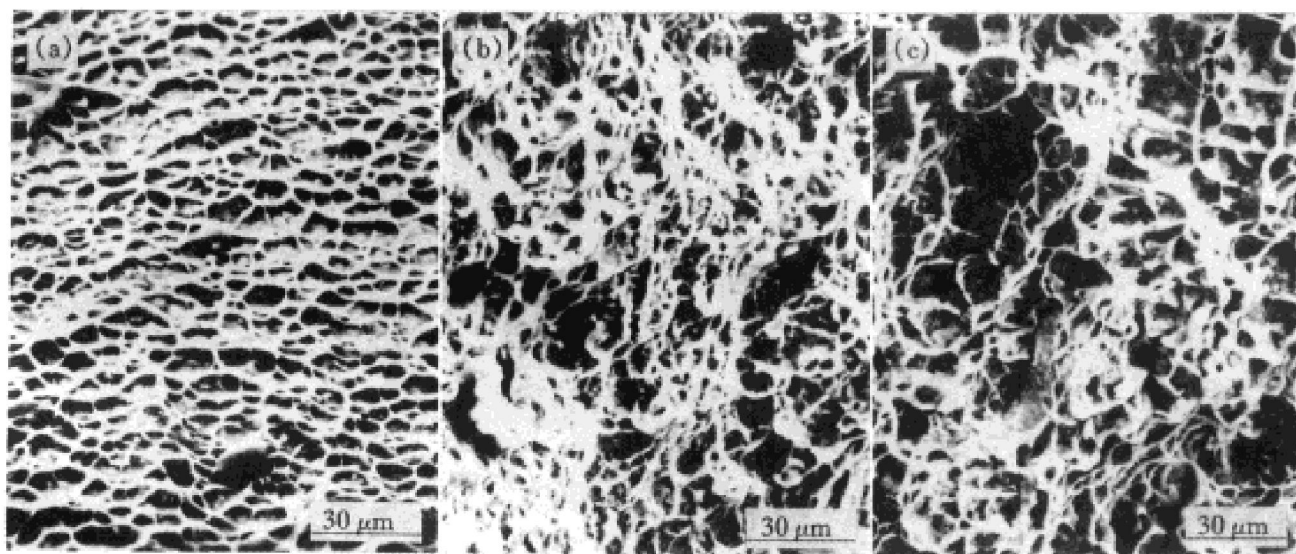


图6 1223 K 淬火合金热循环前后的拉伸试样断口形貌

(a) $-N = 0$; (b) $-N = 1000$; (c) $-N = 3000$

参考文献

- 1 Tobler R L. ASTM STP 601, 1976: 346.
- 2 吴运学. 宇航材料及工艺, 1992; 4: 62.
- 3 盛磊. 宇航材料及工艺, 1992; 4: 27.
- 4 金峰. 宇航材料及工艺, 1991; 4: 24.
- 5 邱惠中. 宇航材料及工艺, 1991; 4: 1.
- 6 李承受. 宇航学报, 1992, 1: 1-7.
- 7 Russ S M Metall Trans A, 1990, 21(6): 1595-1602.
- 8 Hajime Ikuno, Shiroichi Towata. J Japan Inst Metals, 1989, 53(3): 327-332.
- 9 Collings E W. In: Kiumra H and Izumi O ed. Titanium 80 Science and Technology. Warrendale: The Metallurgical Society of AIME, 1980, 77.
- 10 Lee Y T, Welsch G. In: Lütjering G ed. Titanium Science and Technology. Warrendale: The Metallurgical Society of AIME, 1984, 1689-1696.

THERMAL CYCLING HARDENING BEHAVIOR AND FRACTOGRAPHY CHARACTERISTICS OF AS-QUENCHED TC4 ALLOY

Geng Hongbin, He Shiyu, Lei Tingquan

School of Materials and Engineering, Harbin Institute of Technology, Harbin 150001

ABSTRACT The thermal cycling tests between 77 and 623 K were performed on the as-quenched TC4 alloy, the hardness after thermal cycling were evaluated and compared with that of the alloy aged at 623 K. And fractography was investigated by means of SEM. The results show that thermal stress accelerates the decomposition process of meta phase and makes an increase in dislocation density or amount of deformation twins and stacking faulty. Fractography of the quenched tensile specimen under cycling treatment changes from dimple pattern to mixed fracture with dimple and tear ridges.

Key words titanium alloy thermal cycling hardness

(编辑 黄劲松)