

热处理对原位 TiB 和 La₂O₃ 增强 IMI834 拉伸性能的影响

李九霄, 王立强, 覃继宁, 陈一飞, 吕维洁, 张 荻

(上海交通大学 金属基复合材料国家重点实验室, 上海 200240)

摘 要: 研究 $\alpha+\beta$ 、 β 和 β 三段热处理方法对原位自生 TiB 和 La₂O₃ 增强钛基复合材料组织和拉伸性能的影响。用金相显微镜、扫描电子显微镜进行组织和增强体观察, 热处理后对材料进行室温和高温拉伸实验。结果表明, 热处理前、后增强体稳定。 $\alpha+\beta$ 热处理得到双态组织, β 和 β 三段热处理得到片层组织。 $\alpha+\beta$ 热处理后试样的室温和高温拉伸性能较好, β 三段热处理后的室温和高温拉伸性能均优于 β 热处理的。

关键词: 钛基复合材料; 热处理; 组织; 拉伸性能

中图分类号: TG 166.5

文献标志码: A

Effect of heat treatment on tensile properties of in situ synthesized (TiB+La₂O₃)/Ti composite

LI Jiu-xiao, WANG Li-qiang, QIN Ji-ning, CHEN Yi-fei, LÜ Wei-jie, ZHANG Di

(State Key Laboratory of Metal Matrix Composites, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China)

Abstract: The effects of $\alpha+\beta$, β and β triplex heat treatment on microstructure and mechanical properties of in situ synthesized (TiB+La₂O₃)/Ti composite were studied. The microstructures and reinforcements were examined by means of optical microscopy and scanning electron microscopy. Room and high temperature tensile properties of the specimens were tested. The results show that TiB and La₂O₃ are stable after heat treatment. Duplex structures are obtained after $\alpha+\beta$ heat treatment. Laminar α structures are gained after β and β triplex heat treatment. Room and high temperature tensile properties of the specimens after $\alpha+\beta$ and β triplex heat treatment are better than those after β heat treatment.

Key words: titanium matrix composite; heat treatment; microstructure; tensile property

钛合金具有一般材料无法比拟的性能,如密度小、强度高、比强度大(超过高强度钢)、热强性高、热稳定性好、化学活性大、导热性差、弹性模量低、抗腐蚀性能好等^[1]。但是,随着新技术革命浪潮的推进,面对高技术时代对高性能钛合金材料日益紧迫的需求,传统的钛合金材料已难以满足高技术的要求。正是如此,出现了由钛合金向钛基复合材料转移的趋势^[2]。颗粒增强钛基复合材料因其具有高比强、高比模和耐高温性能,在航空航天、先进武器系统、汽车等领域有广阔的应用前景^[3-4]。利用增强体原位合成法,避免了外加增强体的污染问题和熔铸过程中存在

的陶瓷颗粒与基体合金的湿润性问题,可制备出性能更好的颗粒增强钛基复合材料^[5]。TiB^[6-9]和稀土氧化物^[10-11]被认为是较理想的增强体。

随着人们对钛合金性能要求的不断提高,20 世纪 70 年代以后,国际航空界在设计思想上发生了变化,由传统的以未损伤材料的静强度设计转变为损伤容限设计。设计方法的转变导致了选材判据的变化,选材判据的变化明显地影响了钛合金及制备技术的发展方向,其中引人注目的一个发展方向是 β 热处理工艺正以相当快的速度广泛取代传统的 $\alpha+\beta$ 热处理工艺。美国的第 4 代主力战斗机 F-22 上钛合金用量占总结构质

量的 41%, 其工艺特点是所使用的钛合金均大量采用了 β 热处理工艺^[12]。一般认为, β 热处理得到的片状组织的损伤容限指标如断裂韧性、裂纹扩展速率以及蠕变、持久性能比等轴组织和双态组织的好^[13-14]。

本文中作者介绍了 $\alpha+\beta$ 热处理, β 热处理和三重式 β 热处理对钛基复合材料拉伸性能的影响。

1 实验

钛基复合材料在真空自耗电弧炉中熔炼而成,再经热锻加工成 $\phi 70$ mm 的棒材。材料为合金加 LaB₆, 合金成分: Ti-6.6Al-4.6Sn-4.6Zr-0.9Nb-1.0Mo-0.32Si; 熔炼过程中发生的化学反应为 $12\text{Ti}+2\text{LaB}_6+3[\text{O}]=12\text{TiB}+\text{La}_2\text{O}_3$ 。增强体体积百分含量: La₂O₃ 0.582%, TiB 1.26%; 相变点为 1 040 $^{\circ}\text{C}$ 。

热处理工艺如下:

- 1) $\alpha+\beta$ 两相区热处理:(990 $^{\circ}\text{C}$, 2 h, 空冷)+(590 $^{\circ}\text{C}$, 4 h, 空冷);
- 2) β 热处理: β 相变点以上(20 $^{\circ}\text{C}$, 1 h, 空冷)+(650 $^{\circ}\text{C}$, 2 h, 空冷);
- 3) 三重式 β 热处理: β 相变点以上(20 $^{\circ}\text{C}$, 1 h, 空冷)+(980 $^{\circ}\text{C}$, 1.5 h, 空冷)+(480 $^{\circ}\text{C}$, 4 h, 空冷)。

材料的光学金相试样采用传统方法(磨光、机械抛光和腐蚀)制备,观测在莱卡金相显微镜 LEICA (MEF4A/M)上进行。室温拉伸测试在 MTS-810 试验机上进行,试样尺寸为 15 mm $\times$ 4 mm $\times$ 1.5 mm,拉伸速度 10^{-3} s $^{-1}$ 。高温拉伸测试在 CSS-3905 蠕变仪上进行,试样尺寸为 15 mm $\times$ 4 mm $\times$ 1.5 mm,试验温度分别为 600、650 和 700 $^{\circ}\text{C}$,拉伸速率取 10^{-3} s $^{-1}$ 。利用 JSM-6700F 扫描电子显微镜观察试样的断口以及沿拉伸方向的显微组织。

2 结果与分析

2.1 热处理后的显微组织

图 1 所示为(TiB+La₂O₃)/Ti 复合材料热处理前、后的显微组织。可以看出: $\alpha+\beta$ 两相区热处理后得到的组织为等轴初生 α 相和片状的 β 转变组织构成的双态组织(见图 1(b)); β 热处理后的组织为片状组织(见图 1(c));三重式 β 热处理后也得到片状组织(见图 1(d))。片状组织特征是具有粗大的原始 β 晶粒,在原始 β 晶界上分布有清晰的晶界 α 相,原 β 晶内为片状 α 束域, α 片间为 β 相。三重式 β 热处理后的 α 片层宽度比 β 热处理后的稍大。增强体 TiB 沿加工方向

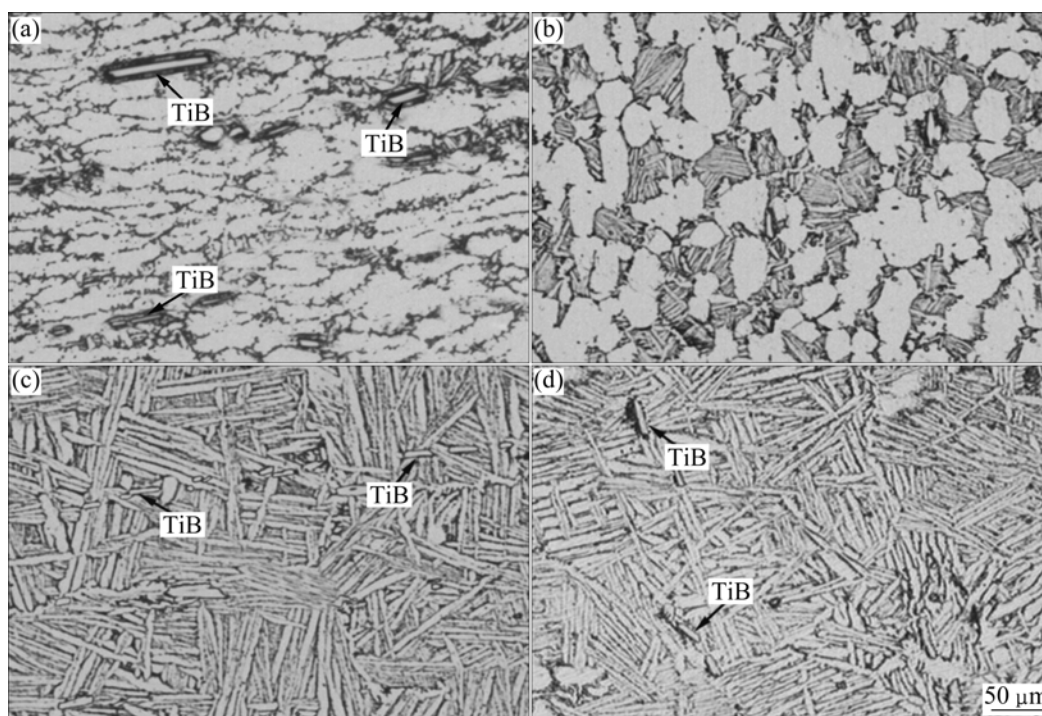


图 1 (TiB+La₂O₃)/Ti 复合材料热处理前、后的显微组织

Fig.1 Microstructures of (TiB+La₂O₃)/Ti composites: (a) As-forged; (b) ($\alpha+\beta$) heat-treated; (c) β heat-treated; (d) β triplex heat-treated

排列, 热处理后增强体稳定。

2.2 热处理对拉伸性能的影响

图 2 所示为 3 种热处理后试样的室温拉伸性能。 $\alpha+\beta$ 热处理后试样具有较好的拉伸塑性, 屈服强度为 1 113.5 MPa, 伸长率为 16%。 β 热处理后试样屈服强度较 $\alpha+\beta$ 热处理稍有提高, 而伸长率下降约 50%。三重 β 热处理屈服强度最低, 伸长率较 β 热处理稍有提高。

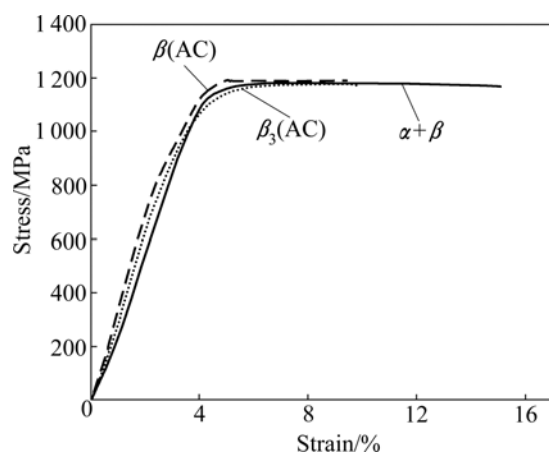


图 2 (TiB+La₂O₃)/Ti 复合材料热处理后的室温拉伸性能

Fig.2 Room-temperature tensile properties of (TiB+La₂O₃)/Ti composite after heat treatment

图 3 所示为 3 种热处理后试样的高温拉伸性能。随着温度的升高, 抗拉强度均下降, 而断裂伸长率均提高。随温度的升高, $\alpha+\beta$ 热处理试样抗拉强度下降最多, β 三段热处理次之, β 热处理抗拉强度下降最少。图 3(b)所示的应变曲线中, β 热处理应变曲线位于最下方, 说明 $\alpha+\beta$ 和 β 三段热处理的断裂伸长率均优于 β 热处理的。700 °C 时 β 热处理抗拉强度最高, 但 $\alpha+\beta$ 和 β 三段热处理的抗拉强度较 β 热处理减少约 10%时, 伸长率较 β 热处理的分别提高 79%和 35%。

$\alpha+\beta$ 热处理后双态组织具有较好的拉伸塑性, β 和 β 三段热处理后片层组织拉伸塑性较低。文献[15]中提出: 魏氏组织的拉伸塑性和疲劳性能均非常低, 网篮状组织的拉伸塑性比魏氏组织的好, 双态组织具有较好的拉伸塑性和疲劳强度, 这与图 2 和 3 中的结果吻合。

2.3 断裂机制

La₂O₃ 颗粒尺寸约为 200~300 nm, 弥散分布在钛基体中。根据弥散强化原理, 这种极为细小的氧化物颗粒与位错作用可以强化基体, 显著提高高温瞬时强

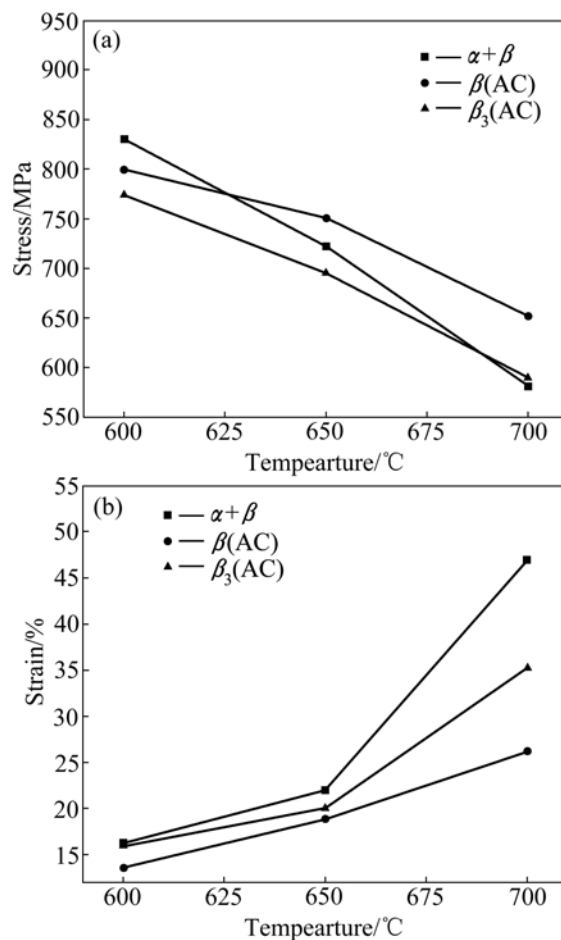


图 3 (TiB+La₂O₃)/Ti 复合材料热处理后的高温拉伸性能

Fig.3 High-temperature tensile properties of (TiB+La₂O₃)/Ti composite after heat treatment: (a) Stress; (b) Strain

度和持久强度^[16]。

图 4 所示为(TiB+La₂O₃)/Ti 复合材料室温拉伸后试样沿拉伸方向的 SEM 像。从图 4 可以发现: 复合材料中接近断口的 TiB 短纤维在室温拉伸后大部分发生了断裂, 这一现象与 GORSSE 和 MIRACLE^[17]的研究结果吻合。当复合材料受载荷作用时, 载荷直接作用到基体上, 然后基体将载荷通过纤维与基体间界面上的剪切应力传递到大于临界长径比的纤维上。可见, 短纤维承载断裂是原位合成耐热钛基复合材料的主要室温断裂机理。

高温拉伸时, 随着温度的升高, TiB 晶须的长径比增大。从图 4(d)可以发现: 在 700 °C 高温拉伸时, 具有最大伸长率的 $\alpha+\beta$ 热处理试样仍然出现大量的断裂的 TiB 短纤维, 这与室温拉伸的结果相似, 证明在 700 °C 高温拉伸时大部分短纤维处在高于临界长径比的状态, TiB 纤维承载首先断裂, 然后裂纹在基体中产生, 最终基体中的裂纹与 TiB 断裂的裂纹结合, 导

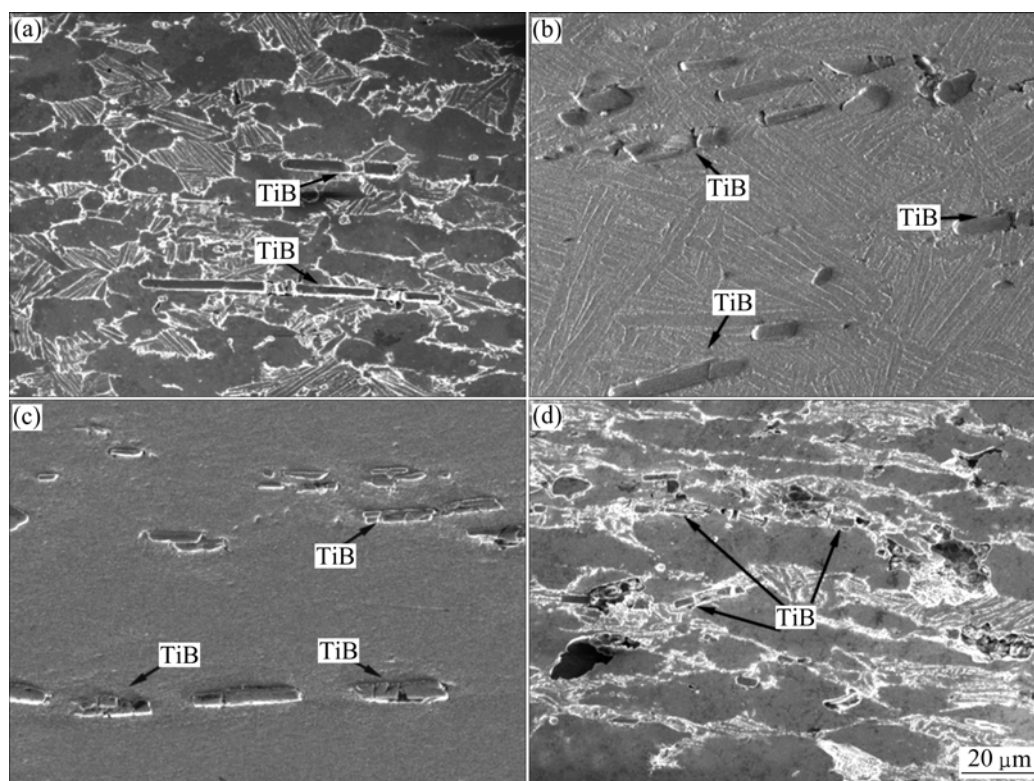


图 4 (TiB+ La_2O_3)/Ti 复合材料室温和高温拉伸后试样沿拉伸方向的 SEM 像

Fig.4 SEM images of (TiB+ La_2O_3)/Ti composite after tensile test along tensile direction: (a) $\alpha+\beta$; (b) $\beta(\text{AC})$; (c) $\beta_3(\text{AC})$; (d) $\alpha+\beta$, 700

致了复合材料的失效。这一现象与文献[18]的研究结果吻合。

由于复合材料中的 TiB 短纤维绝大多数为细长的针状, 大部分短纤维处在高于临界长径比的状态, 其室温和高温断裂机制都为短纤维承载断裂, 从而使得钛基复合材料具有很好的拉伸性能。

3 结论

1) $\alpha+\beta$ 两相区热处理后得到双态组织, β 热处理和三重式 β 热处理空冷得到片状组织。

2) $\alpha+\beta$ 热处理具有良好的室温拉伸性能, β 热处理和三重式 β 热处理后试样伸长率较 $\alpha+\beta$ 热处理的显著下降, 三重式 β 热处理的伸长率较 β 热处理稍有提高。

3) $\alpha+\beta$ 热处理高温拉伸性能较好, 三重式 β 热处理次之; 随着温度的升高, β 热处理抗拉强度下降最少, 但断裂伸长率最低。

4) 3 种热处理后试样室温和高温断裂机制都为短纤维承载断裂。

REFERENCES

- [1] 杨鹏宇, 苗德华, 呼英俊, 徐苏阳. 新型钛合金的时效工艺[J]. 金属热处理, 2005, 30(10): 68-69.
YANG Peng-yu, MIAO De-hua, HU Ying-jun, XU Su-yang. Aging process for a new titanium alloy [J]. Heat Treatment of Metal, 2005, 30(10): 68-69.
- [2] ZHANG Li. An analysis of developing strategies and measures of titanium based materials in the high-technology area [J]. Acta Metallurgica Sinica, 1997, 33(1): 85-89.
- [3] RANGANATH S. A review on particulate-reinforced titanium matrix composites [J]. J Mater Sci, 1997, 32(1): 1-16.
- [4] 吕维洁, 张 荻, 张小农. 原位合成 TiC 和 TiB 增强钛基复合材料[J]. 材料工程, 1999(8): 9-11.
LÜ Wei-jie, ZHANG Di, ZHANG Xiao-nong. (TiC+TiB)/Ti alloy matrix composites prepared by in-situ technique [J]. Journal of Materials Engineering, 1999(8): 9-11.
- [5] 王敏敏, 吕维洁, 覃继宁, 张 荻, 计 波, 朱 峰. 原位合成 TiB 和 TiC 增强钛基复合材料的超塑变形力学行为[J]. 上海交通大学学报, 2005, 39(1): 41-45.
WANG Min-min, LÜ Wei-jie, QIN Ji-ning, ZHANG Di, JI Bo, ZHU Feng. Mechanical property of superplastic deformation of

- in-situ synthesized (TiB+TiC)/Ti matrix composite [J]. Journal of Shanghai Jiao Tong University, 2005, 39(1): 41–45.
- [6] HILL D, BANERJEE R, HUBER D, TILEY J, FRASER H L. Formation of equiaxed alpha in TiB reinforced Ti alloy composites [J]. Scripta Mater, 2005, 52: 387–392.
- [7] GORSSE S, PETITCORPS Y L, MATAR S, REBILLAT F. Investigation of the Young's modulus of TiB needles in situ produced in titanium matrix composite [J]. Mater Sci Eng A, 2003, 340: 80–87.
- [8] RANGANATH S, MISHRA R S. Steady state creep behaviour of particulate — Reinforced titanium matrix composites [J]. Acta Mater, 1996, 44: 927–935.
- [9] BILOUS O O, ARTYUKH L V, BONDAR A A, VELIKANOVA T Y. Effect of boron on the structure and mechanical properties of Ti-6Al and Ti-6Al-4V [J]. Mater Sci Eng A, 2005, 402: 76–83.
- [10] 肖代红. (TiB+Nd₂O₃)/Ti 复合材料的显微组织与力学性能[J]. 铸造技术, 2007, 28(6): 791–795.
XIAO Dai-hong. Microstructure and mechanical properties of (TiB+Nd₂O₃)/Ti composites [J]. Foundry, 2007, 28(6): 791–795.
- [11] CASTRO V de, LEGUEY T, MUNOZ A, MONGE M A, PARAJA R. Microstructure and tensile properties of Y₂O₃-dispersed titanium produced by arc melting [J]. Mater Sci Eng A, 2006, 422: 189–197.
- [12] 张旺峰, 曹春晓, 李兴无, 马济民, 朱知寿. β 热处理 TA15 钛合金对力学性能的影响规律[J]. 稀有金属材料与工程, 2004, 33(7): 768–770.
ZHANG Wang-feng, CAO Chun-xiao, LI Xing-wu, MA Ji-min, ZHU Zhi-shou. Effect of β heat treatment on mechanical properties of TA15 titanium alloy [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2004, 33(7): 768–770.
- [13] 姚泽坤, 郭鸿镇, 苏祖武, 孙开本, 徐永超, 曹晓卿. 热力学参数对 $\alpha+\beta$ 两相钛合金再结晶百分数和力学性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2000, 29(5): 340–343.
YAO Ze-kun, GUO Hong-zhen, SU Zu-wu, SUN Kai-ben, XU Yong-chao, CAO Xiao-qing. Effect of Microstructure and recrystallization and mechanical properties of two-phase ($\alpha+\beta$) Ti alloy [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2000, 29(5): 340–343.
- [14] 姚泽坤, 郭鸿镇, 杨 阵, 魏迎元, 苏梅英. 形变、相变交互作用对 Ti-17 合金等温锻件显微组织和力学性能影响规律研究[J]. 稀有金属材料与工程, 2003, 32(7): 538–541.
YAO Ze-kun, GUO Hong-zhen, YANG Chen, GUO Ying-yuan, SU Mei-ying. Effect of the interaction of deformation and phase change on microstructure and mechanical properties of Ti-17 alloy [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2003, 32(7): 538–541.
- [15] 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: 208–216.
WANG Jin-you, GE Zhi-ming, ZHOU Yan-bang. Ti alloys were applied in aerospace [M]. Shanghai: Shanghai Science and Technology Press, 1985: 208–216.
- [16] SASTRY S M L, PENG T C, BECKERMAN L P. Structure and properties of rapidly solidified dispersion-strengthened titanium alloys: II. Tensile and creep properties [J]. Metall Trans A, 1984, 15(7): 1465–1474.
- [17] GORSSE S, MIRACLE D B. Mechanical properties of Ti-6Al-4V/TiB composites with randomly oriented and aligned TiB reinforcements [J]. Acta Materialia, 2003, 51(9): 2427–2442.
- [18] XIAO Lü, LÜ Wei-jie, QIN Ji-ning, ZHANG Di. High-temperature tensile properties of in situ-synthesized titanium matrix composites with strong dependence on strain rates [J]. J Mater Res, 2008, 23(11): 3066–3074.

(编辑 杨 兵)