

TB15 钛合金等温时效析出行为及相变动力学

辛周媛¹ 徐 勇¹ 胡生双² 陈乐平¹ 朱 琳¹

(1.南昌航空大学航空制造工程学院; 2.中航西安飞机工业集团股份有限公司)

摘 要 对 TB15 钛合金在不同时效温度处理后的次生 α 相转变及动力学过程进行了研究。结果表明, TB15 钛合金经 β 相区固溶后均为 β 相, 经不同时效温度和时效时间处理后, 随时效时间延长, α 相体积分数逐渐增加, 形貌由点状逐渐向针状、板条状演化, 针状或板条状 α 相相互交织成“V”字形构型, 且长时间时效后部分 α 相局部富集成粗大的板条状; 随时效温度升高, α 相体积分数先增加后降低, 平均宽度逐渐增加。在相变过程中, α 相转变过程可分 3 个阶段, 即形核孕育期、快速析出期以及稳定期, 在 530 ℃ 时效 30~60 min 的快速析出阶段时效响应速度最快, 硬度(HV)提升最大, 提升了 124。建立了 TB15 钛合金不同时效温度下的等温相变动力学 JMAK 方程, 根据试验结果绘制了合金的时间-温度-转变变量图(TTT 图), 其“鼻温”接近 540 ℃, α 相从时效开始到析出需 15 min 左右, 时效 90 min 左右 α 相体积分数可达到最高。

关键词 TB15 钛合金; 次生 α 相; 时效响应速度; 相变动力学

中图分类号 TG166; TG146.23

文献标志码 A

DOI:10.15980/j.tzzz.2023.09.016

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Precipitation Behavior and Phase Transition Kinetics of TB15 Titanium Alloy during Isothermal Aging

Xin Zhouyuan¹, Xu Yong¹, Hu Shengshuang², Chen Leping¹, Zhu Lin¹

(1.School of Aeronautical Manufacturing Engineering, Nanchang Hangkong University;

2.Avic Xi'an Aircraft Industry Group Co., Ltd.)

Abstract: The secondary α phase transition and kinetics of TB15 titanium alloy treated with different aging temperatures were investigated. The results indicate that TB15 titanium alloy is composed of β phase after solid solution through β phase zone. After treatments with different aging temperature and aging time, the fraction of α phase is gradually increased with the extension of aging time, and the morphology is transformed from dot to the needle and plate strip, which are interwoven into a “V” font configurations. After long-time aging, partial α phase are locally rich integrated into thick strip. With the aging temperature increase, the fraction of α phase is increased firstly and then decreased, with the average size increasing gradually. The α -phase transition process can be divided into three stages, which are nucleation incubation period, rapid precipitation period and stable period. The aging response is the fastest and hardness increment is the greatest, which reaches 124 HV, during the rapid precipitation phase aged at 530 ℃ for 30~60 min. The JMAK equation for isothermal phase transition kinetics of TB15 titanium alloy at different aging temperatures was established, and the time-temperature-transition diagram (TTT diagram) of the alloy was plotted according to the results. The “nose temperature” of the alloy is close to 540 ℃, and it takes about 15 min from aging to precipitation of α phase. The fraction of α phase reaches the maximum value after aging for 90 min.

Key Words: TB15 Titanium Alloy, Secondary α Phase, Aging Response Speed, Phase Transition Kinetics

亚稳 β 钛合金具有较高的比强度、良好的耐腐蚀性能、低弹性模量、可热处理强化和比 $\alpha+\beta$ 型钛合金加工温度更低等优势, 是航空航天领域中承重结构件的理想

材料^[1-3]。由于亚稳 β 钛合金含有大量稳定 β 相元素, 淬火至室温后不会发生马氏体相变, 而在时效过程中 β 相基体中会有 α 相析出, 时效温度和时效时间的改变会

收稿日期:2022-11-03;修改稿收到日期:2022-11-28

基金项目:航空科学基金资助项目(2020Z047056003)

第一作者简介:辛周媛,女,1997 年出生,硕士研究生,南昌(330063), E-mail: 2941946546@qq.com

通信作者:徐勇,男,1978 年出生,副教授,南昌(330063), E-mail: xuyong@nchu.edu.cn

引用格式:辛周媛,徐勇,胡生双,等. TB15 钛合金等温时效析出行为及相变动力学[J]. 特种铸造及有色合金, 2023, 43(9): 1 252-1 256.

XIN Z Y, XU Y, HU S S, et al. Precipitation behavior and phase transition kinetics of TB15 titanium alloy during isothermal aging[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2023, 43(9): 1 252-1 256.

引起 α 相的尺寸、形态和数量的变化,这些变化对亚稳 β 钛合金的力学性能有着显著影响^[4-5]。朱李云等^[6]研究发现,固溶+时效态处理后的 β 21s 钛合金力学性能与其时效温度的选择有很大关系,经 550~680 ℃ 的时效处理后,随时效温度升高,合金强度降低、塑性提高。WANG Q J 等^[7]发现亚稳 β 钛合金在 450 ℃ 升高到 550 ℃ 时效处理后,合金中的 α 相逐渐由针状转变为细小的短棒状,并且均匀分布的高密度细小 α 相使合金的硬度在 450 ℃ 达到峰值。杜赵新^[8]发现高强 β 钛合金在时效过程中析出的细小的次生 α 相是合金强度提高的主要原因,次生 α 相尺寸的减小或者体积分数的增加,都会使合金的强度得到提高。

β 钛合金在等温条件下析出的 α 相属于扩散型相变时,可用 JMAK 方程较好地揭示合金在不同热处理过程中析出相的析出速度、效果和机制。常辉等^[9]对 Ti-B19 钛合金的研究发现,JMAK 方程可以很好地描述亚稳 β 钛合金在等温时效过程中的 $\beta \rightarrow \alpha + \beta$ 相转变的相变动力学,并且合金在 500 ℃ 等温时效时,其相变速度达到峰值,随时效温度升高,合金的相变速度减小。王庆娟等^[10]利用等温相变动力学方程对新型 β 钛合金直接时效和固溶时效的机制进行分析发现,直接时效的 Avrami 指数略大于固溶时效,两种热处理合金的 α 相析出的形核长大机制相同。

TB15 钛合金是新型亚稳定 β 型钛合金,其在宇航、船舶和兵器等领域具有广阔的应用前景^[11],目前关于 TB15 钛合金次生 α 相析出的相变动力学行为方面的研究报道较少。因此,本研究重点分析了 TB15 合金在时效过程中的等温相变动力学行为,对比研究了不同时效温度和时效时间后的析出相形貌、析出机制和时效响应速度,旨在为理解该合金相转变机制、显微组织形成和控制合金性能提供参考。

1 试验材料和方法

试验材料为经 3 次真空自耗电弧熔炼的 TB15 钛合金铸锭,在 31500N 水压机上经 β 相区开坯锻造成厚度为 180 mm 的板坯,其化学成分见表 1。经淬火金相

法测得该合金的 β 相转变温度为 (790 ± 10) ℃。

表 1 TB15 钛合金的化学成分

Tab.1 Chemical composition of TB15 titanium alloy %

ω_B								
Cr	Mo	V	Al	Fe	C	H	O	Ti
5.4	5.0	5.0	4.0	0.07	0.02	0.01	0.002	余量

合金棒材经线切割切取 6 mm×6 mm×8 mm 的试样,在马弗炉中先进行 830 ℃×1 h+空冷(AC)的固溶处理,然后再进行时效温度为 500~590 ℃,保温时间为 5~480 min 的时效处理,空冷。金相腐蚀剂采用 HF、HNO₃、H₂O 体积比为 1:3:7 的混合溶液,腐蚀时间为 3~6 s。利用 XJP-6A 型金相显微镜和 Quanta200 型扫描电镜进行组织观察表征;利用 HV-1000SPTA 维氏硬度仪进行硬度测试,载荷为 0.3 N,持续 10 s。

2 试验结果与讨论

2.1 合金的固溶组织

图 1 为 TB15 钛合金固溶处理后的微观组织。可以看到,经 830 ℃ 固溶 60 min 后,空冷即可将高温下的亚稳 β 相保留至室温,此时不含 α 相, β 晶粒的平均尺寸约为 200 μ m,这种 β 相为过饱和固溶体,在随后的等温时效过程中发生分解,生成稳定的 α 相,从而使合金的性能得到强化。

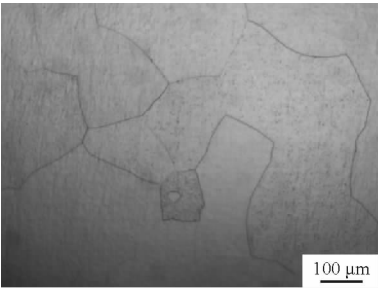


图 1 合金固溶处理后的金相组织

Fig.1 Metallographic structure of alloy after solution treatment

2.2 时效处理后的显微组织

图 2 为 TB15 钛合金经时效处理后的微观组织。

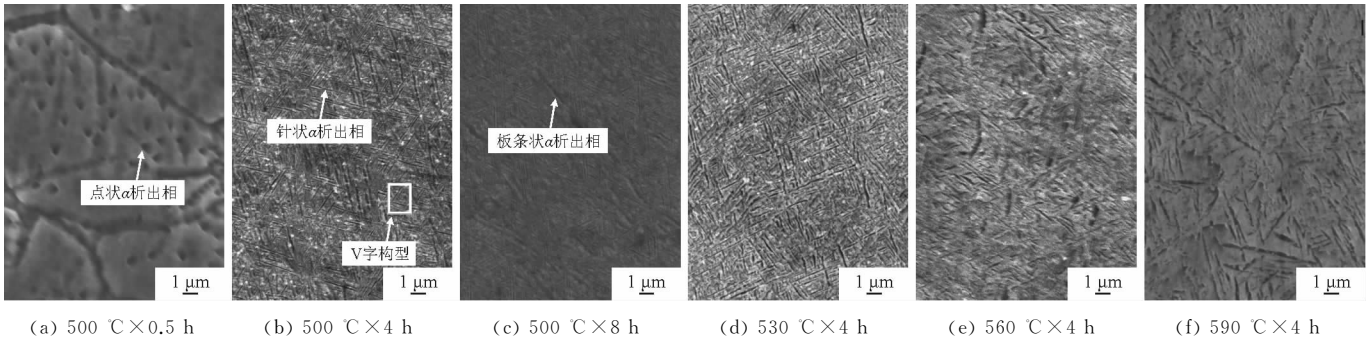


图 2 TB15 钛合金经不同温度和时间时效后的 SEM 组织

Fig.2 SEM images of TB15 titanium alloy after aging treatments with different temperatures and time

可以看出,随时效时间延长, α 相的体积分数逐渐增加,形貌由点状逐渐向针状、板条状演化,针状和板条状 α 相相互交织成“V”字形构型,并且长时间时效后部分次生 α 相局部富集成粗大的板条状。在时效初期,与 β 基体具有相同的伯格取向关系的 α 相相互结合成点状形貌,随后点状 α 相沿着边界继续生长而形成针状 α 相^[12-13],部分 α 相随时效时间的延长继续长大为板条状,而“V”字形的形成是由于 β 基体本身对相变应变的良好适应和调节的结果^[14-15]。随时效温度增加, α 相的平均宽度逐渐增加,在 500 °C 时效 4 h 时 α 相的平均宽度约为 52 nm,而在 530 °C 时效 4 h 时 α 相的平均宽度约为 100 nm,见图 2b 和图 2d。 α 相形核数量随时效温度增加而逐渐降低, α 相的体积分数先增加后降低,如 560 °C 和 590 °C 时效 4 h 时分别完成了 97.12% 和 90.48% 的相变,这是由于时效温度较低时, α 相的形核和长大速度都相对减慢,可以使形核过程更加均匀充分,所以在较低温度时效时 α 相更加均匀细小,反之时效温度越高, α 相形核数量越少,分布更不均匀^[16]。

2.3 时效处理对合金硬度的影响

图 3 为合金经不同时效工艺处理后的硬度。可以看出,当时效时间短于 0.5 h,时效温度在 500、530 °C 时合金硬度出现了略微下降趋势,延长时效时间会出现短暂的软化现象,这也与 KENT D 等^[17] 的规律保持一致,也说明点状 α 相对合金基本没有强化作用,属于中间相^[13],而在 560、590 °C 时效时,延长时效时间合金硬度升高,此时硬度的增加主要来源于少量的针状 α 相的强化作用,且时效温度越高,合金硬度增量越小;当时效时间介于 0.5~1 h 时,合金的硬度快速增加,并且随着时效温度升高,合金硬度增加的速度先升高后降低,530 °C 的时效响应速度最高,硬度(HV)提升最大,提升了 124;当时效时间介于 1~2 h 时,500 °C 时效后合金合金硬度快速上升,超过 500 °C 时效时,合金硬度出现下降趋势,这是由于 α 相在晶界和晶内缺陷处形核时,Mo、Fe、V 等 β 稳定元素快速向周围基体扩散, α 相可以在短时间内大量析出。随着时效时间延长, α 相长大

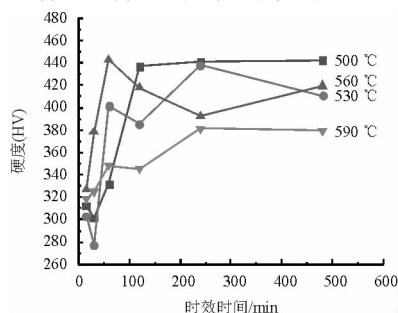


图 3 时效处理对 TB15 合金硬度的影响

Fig.3 Effect of aging treatment on hardness of TB15 alloy

变粗,先析出相对合金元素的消耗进一步降低了后析出相的析出速度,且析出相转变量和尺寸的竞争中析出相粗化造成的软化占主要作用,使合金硬度下降^[10,18];当时效时间介于 2~8 h 时,合金的硬度波动较小,此时 α 相转变和粗化基本达到饱和,随时效时间延长,合金硬度趋于稳定。

2.4 等温时效的等温相变动力学

图 4 为 TB15 钛合金在不同时效温度下的等温相变动力学曲线。可以看出,相转变过程大致分为 3 个阶段。第 1 阶段为 α 相的形核孕育期,即出现针状 α 相之前的阶段,500、530 °C 的孕育期为 0~30 min,560、590 °C 的孕育期为 0~5 min,即时效温度越高,孕育期越短。第 2 阶段为 α 相的快速析出期,500、530、560 和 590 °C 时效的快速析出阶段分别为 30~240 min、30~120 min、5~120 min、5~120 min,并且 530 °C 的相变动力学曲线最高,说明在此阶段 530 °C 时效时相转变速度最快。从图 4 也可以发现,时效时间在 0.5~1 h 内时硬度曲线的斜率最大,时效响应速度最快,说明细小针状 α 相越多,合金的硬度提升越快;第 3 阶段为 α 相的转变稳定期,此阶段 α 相的形核基本达到饱和,随时效时间延长,部分 α 相继续长大粗化,当 α 相转变量接近 95% 时,继续延长时效时间 α 相含量基本不变。

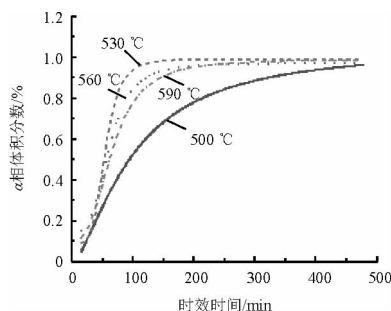


图 4 等温相变动力学曲线

Fig.4 Kinetic curves of isothermal phase transition

TB15 钛合金在等温条件下从亚稳 β 相中析出的 α 相属于扩散型相变,其动力学过程可以采用 JMAK 方程进行描述:

$$f = 1 - \exp(-kt^n) \quad (1)$$

式中, f 为在 t 时刻 α 相转变量与总析出相的比值,即相转变百分比; k 为与温度有关的相变速度常数; t 为保温时间,s; n 为与温度无关的 Avrami 指数,与相变的形核长大机制有关。为方便绘制曲线,对式(1)两边取对数,整理得:

$$\ln\{\ln[1/(1-f)]\} = \ln k + n \ln t \quad (2)$$

由式(2)可以发现, $\ln t$ 与 $\ln\{\ln[1/(1-f)]\}$ 呈一次函数关系,将 f 与 t 代入式(2)后的数据作于直角坐标系内并进行拟合,即得 $\ln\{\ln[1/(1-f)]\} - \ln t$ 图,见图

5. 可以发现,各温度等温时效相转变量在 20%~90% 时,即相转变的主要阶段, $\ln\{\ln[1/(1-f)]\}-\ln t$ 基本呈线性关系,通过数学计算可以得出 JMAK 方程的 Avrami 指数 n 和相变速度常数 k ,见表 2。

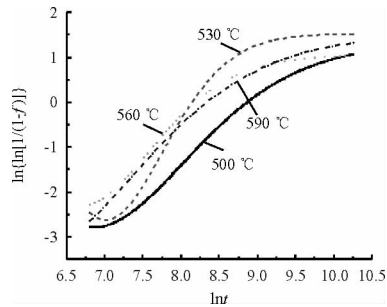


图 5 合金等温时效处理后 $\ln t-\ln\{\ln[1/(1-f)]\}$ 曲线
Fig.5 $\ln t-\ln\{\ln[1/(1-f)]\}$ curves of alloy after isothermal aging treatment

表 2 TB15 钛合金等温相变 JMAK 方程的 n 值和 k 值
Tab.2 The n and k values of JMAK equation for isothermal phase transition of TB15 titanium alloy

温度/℃	n	k
500	1.62	5.97×10^{-7}
530	2.72	2.12×10^{-10}
560	1.77	4.70×10^{-7}
590	1.31	2.21×10^{-5}

2.5 时间-温度-转变量图(TTT 图)

基于以上数据绘制了 TB15 钛合金的时间-温度-相转变量图(TTT 图),见图 6。由于难以通过试验测量转变开始和结束的时间,所以定义 $\beta\rightarrow\alpha$ 相变转变开始和结束的时间为相转变百分比的 10% 和 90%,并且相转变量以 20%为间隔代入不同时效温度下的相变动力学方程中,从而绘制出了 5 组时间-温度-相转变量曲线。

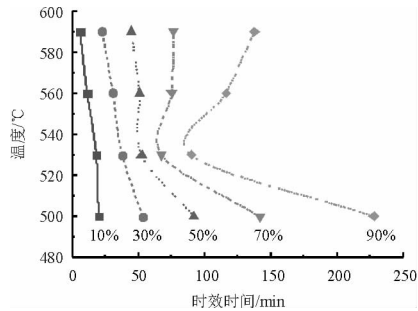


图 6 TB15 钛合金的时间-温度-相转变量图(TTT 图)
Fig.6 Time-temperature-phase transition diagram of TB15 titanium alloy(TTT diagram)

在相转变量低于 50%时,随着时效温度增加,合金相转变速度增加;当相转变量高于 50%时,随着时效温度增加,合金相转变速度先增加后降低。由于在较高温度下进行等温时效时,时效温度与合金的过冷度成反比,时效温度越高合金过冷度越小,则 α 相相变的驱动力越小^[19-20],导致时效温度较高时 α 相的形核需要更多时间。而当时效温度介于 530~550 °C 时,亚稳定的

β 相分解的驱动力和溶质原子的扩散速率对相变过程具有良好的匹配效应,因此在该温度范围内合金的相变速度出现了峰值,从图 6 中可以看到“鼻温”接近 540 °C, α 相从时效开始到析出需 15 min 左右,时效 1.5 h 左右 α 相体积占比即可达到 90%,这与李成林等^[21]的研究结果一致,可作为实际生产中选择 TB15 钛合金热处理制度的依据。

3 结 论

(1)TB15 钛合金在等温时效处理后,随时效时间延长, α 相体积分数逐渐增加,后期达到一定量后保持稳定。 α 相形貌由点状逐渐向针状、板条状演化,针状和板条状的 α 相相互交织成“V”字形构型,长时间时效后部分 α 相局部富集成粗大的板条状;随时效温度的增加, α 相所占的体积先增加后降低, α 相的平均宽度逐渐增加。

(2)相转变过程可分为形核孕育期、快速析出期和相转变稳定期。时效温度越高,孕育期越短,在 530 °C 时效 30~60 min 的快速析出阶段时效响应速度最快,硬度(HV)提升最大,为 124,表明了细小针状 α 相越多合金的硬度提升越快。

(3)TB15 钛合金的 TTT 图表明,其“鼻温”在 540 °C 附近, α 相从时效开始到析出需 15 min 左右,时效 90 min 左右 α 相体积即可达到最大,可作为提高该合金性能的热处理制度选择依据。

参 考 文 献

[1] 程军,牛金龙,于振涛,等. 亚稳定 β 型钛合金的研究进展与应用现状[J].热加工工艺, 2015, 44(18): 14-17.
[2] BANERJEE D, WILLIAM J C. Perspectives on titanium science and technology[J]. Acta Materialia, 2013, 61(3): 844-879.
[3] 梁顺星,刘凯洋,尹丽霞,等. 高强韧钎质钛合金的研究进展[J].特种铸造及有色合金, 2022, 42(2): 138-143.
[4] SANTHOSH R, GEETHA M, SAXENA V K, et al. Effect of duplex aging on microstructure and mechanical behavior of beta titanium alloy Ti-15V-3Cr-3Al-3Sn under unidirectional and cyclic loading conditions[J]. International Journal of Fatigue, 2015, 73(4): 88-97.
[5] 万明攀,曾玉金,谭元标,等. 等温条件下 Ti-1300 合金亚稳 β 相的分解动力学[J]. 稀有金属材料与工程, 2019, 48(12): 3 855-3 862.
[6] 朱李云,张利军,郭凯,等. β 21s 钛合金板材热处理工艺研究[J].特种铸造及有色合金, 2015, 35(4): 434-436.
[7] WANG Q J, WU J C, TONG L, et al. Phase transformation and kinetics in metastable β titanium alloy during isothermal treatment [J]. Advanced Engineering Materials, 2021, 23(2): 1 438-1 456.
[8] 杜赵新. 新型高强 β 钛合金的热处理和微合金化以及高温变形行为研究[D]. 哈尔滨:哈尔滨工业大学, 2014.
[9] 常辉, GAUTIER E, BRUNESSEAU F, 等. Ti-B19 钛合金的 $\beta\rightarrow\alpha+\beta$ 等温相变动力学[J].稀有金属材料与工程, 2006(11): 1 695-1 699.

6061-T4 铝合金无倾角搅拌摩擦焊接头组织与性能研究

梁 宇 廖铭健
(中南大学高性能复杂制造国家重点实验室)

摘 要 采用了厚度为 5 mm 的 6061-T4 铝合金板,使用无倾角搅拌摩擦焊进行单道平板对接焊,研究了不同焊接参数对接头组织和性能的影响。结果发现,在搅拌头的焊接速度达到 300 mm/min 时,随着转速提升,热输入不断增加,晶粒的尺寸变大。焊接温度是影响焊核区晶粒变化的主导因素,焊缝抗拉强度先上升后下降,并在转速为 1 200 r/min 时,焊缝的抗拉强度达到最大值 200.58 MPa,为母材的 93%;当转速提高至 800 r/min 后,试样断口均出现在焊缝前进侧热影响区。

关键词 6061-T4 铝合金;组织性能;无倾角搅拌摩擦焊
中图分类号 TG453.9;TG113.25 **文献标志码** A
DOI:10.15980/j.tzzz.2023.09.017

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Microstructure and Properties of Friction Stir Welded Joint of 6061-T4 Aluminum Alloy

Liang Yu, Liao Mingjian

(State Key Laboratory of High Performance Complex System, South China University)

Abstract: 6061-T4 aluminum alloy plate with a thickness of 5 mm was adopted, and single pass butt welding of flat plates was carried out by friction stir welding without inclination angle. The effects of different welding parameters on microstructure and properties of joints were investigated. The results indicate that when the welding speed of stirring head reaches 300 mm/min, the heat input is increased, and the grain size becomes larger with the increase of rotating speed. The grain transformation in the nugget zone is dominated by welding temperature. The tensile strength of weld is increased firstly and then decreased, which achieves the maximum value of 200.58 MPa at the rotating speed of 1 200 r/min, reaching 93% of the base metal. When the rotating speed is increased to 800 r/min, fractures of specimens occurs in the heat affected zone at the front side of the weld.

Key Words: 6061-T4 Aluminium Alloy, Microstructure and Properties, Friction Welding without Inclination Angle

收稿日期:2022-11-17;**修改稿收到日期:**2022-12-01
第一作者简介:梁宇,男,1997 年出生,硕士研究生,长沙(410083),E-mail:793554863@qq.com
引用格式:梁宇,廖铭健. 6061-T4 铝合金无倾角搅拌摩擦焊接头组织与性能研究[J]. 特种铸造及有色合金,2023,43(9):1 256-1 260.
LIANG Y, LIAO M J. Microstructure and properties of friction stir welded joint of 6061-T4 aluminum alloy[J]. Special Casting & Nonferrous Alloys, 2023, 43(9):1 256-1 260.

[10] 王庆娟,孙亚玲,双翼翔,等.新型 β 钛合金的时效机制和相变动力学研究[J].稀有金属,2019,43(10):1 103-1 108.

[11] LI T, KEN T D, SHA G, et al. New insights into the phase transformations to isothermal omega and omega-assisted alpha in near beta-Ti alloys[J]. Acta Materialia, 2016, 106: 353-366.

[12] DONG R F, LI J S, KOU H C, et al. Precipitation behavior of α phase during aging treatment in a β -quenched Ti-7333[J]. Materials Characterization, 2018, 140: 275-280.

[13] DEMA KOV S L, KARABANALOV M S, OLENEVA O A, et al. Transformation of metastable beta-solid solution in alloy VTI-4[J]. Metal Science and Heat Treatment, 2015, 56(9/10): 489-494.

[14] BALACHANDRAN S, KASHIWAR A, CHOUDHURY A, et al. On variant distribution and coarsening behavior of the α phase in a metastable beta titanium alloy[J]. Acta Materialia, 2016, 106: 374-387.

[15] 王文婷,李沛,寇文娟,等.时效温度对 Ti1023 和 Ti5553 合金微观组织与析出硬化的影响规律[J].稀有金属材料与工程,2020,49(5):1 707-1 714.

[16] 张英明,韩明臣,倪沛彤,等.热处理对 TB3 钛合金棒材组织和性能的影响[J].钛工业进展,2010,27(6):30-33.

[17] KENT D, WANG G, WANG W, et al. Influence of ageing temperature and heating rate on the properties and microstructure of β Ti alloy, Ti-6Cr-5Mo-5V-4Al[J]. Materials Science & Engineering, 2012, A531(1): 98-106.

[18] LI T, AHMED M, SHA G, et al. The influence of partitioning on the growth of intragranular α in near- β Ti alloys[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2015, 643: 212-222.

[19] 张浩宇,黎小辉,林立,等.时效温度对一种新型 β 钛合金组织演变及力学性能的影响[J].稀有金属材料与工程,2019,48(12):3 812-3 818.

[20] SONG Y, CUI X F, YU Y, et al. TTT curve of Ti-6Cr-5V-5Mo-4Al-1Nb alloy[J]. Journal of Physics: Conference Series, 2021, 1 907(1): 12 046-12 049.

[21] 李成林,于洋,惠松晓,等. Ti-6554 钛合金的 TTT 曲线测定[J].中国有色金属学报,2010,20(S1):560-564.

(编辑:刘晨辉)