

热处理次数对 ZTA15 合金组织与性能的影响

贾志伟^{1,2,3}, 冯芝华^{1,2,3}, 王红红^{1,2,3}, 南海^{1,2,3}

(1. 北京百慕航材科技股份有限公司, 北京 100095; 2. 北京航空材料研究院, 北京 100095;
3. 北京市先进钛合金精密成型工程技术研究中心, 北京 100095)

摘要: **目的** 研究热处理反复矫形 5 次对 ZTA15 合金铸件组织与性能的影响。**方法** 通过熔模精密铸造方法制备 ZTA15 合金铸件和试样, 进行 1 次热等静压处理后再进行 5 次 920 °C 循环热处理, 分析并对比了 ZTA15 合金在热等静压和热处理状态下的宏观组织和微观组织变化, 以及对室温和高温 400 °C 拉伸性能的影响。**结果** 随着热处理次数的增加, 晶粒度趋向圆润; 合金在 $\alpha+\beta$ 两相区循环热处理过程出现 α 条碎断、粗化的现象, 典型的魏氏体组织向网篮状组织转变, 组织更加稳定; 室温拉伸性能较热等静压状态略有下降, 而高温 400 °C 性能与热等静压状态基本持平。**结论** ZTA15 合金经 5 次热处理后, 室温拉伸性能稳定满足抗拉强度 ≥ 885 MPa, 屈服强度 ≥ 785 MPa, 伸长率 $\geq 5\%$, 断裂收缩率 $\geq 12\%$, 高温 400 °C 拉伸性能稳定满足抗拉强度 ≥ 622 MPa, 伸长率 $\geq 10\%$ 指标要求, 可以为铸件热矫形提供数据支持。

关键词: 钛合金; 热处理; 微观组织; 力学性能

DOI: 10.3969/j.issn.1674-6457.2018.03.006

中图分类号: TG146.23 **文献标识码:** A **文章编号:** 1674-6457(2018)03-0028-06

Effects of Multiple Heat Treatment Times on Microstructure and Mechanical Properties of ZTA15 Alloy

JIA Zhi-wei^{1,2,3}, FENG Zhi-hua^{1,2,3}, WANG Hong-hong^{1,2,3}, NAN Hai^{1,2,3}

(1. Baimtec Material Co., Ltd., Beijing 100095, China; 2. Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China;
3. Beijing Engineering Research Center of Advanced Titanium Alloy Precision Forming Technology, Beijing 100095, China)

ABSTRACT: The paper aims to study effects of 5 times of multiple heat treatment on microstructures and mechanical properties of ZTA15 alloy. ZTA15 alloy castings and samples were prepared by investment casting method. Five times of cycling heat treatment were carried out after ZTA15 alloy samples were treated once by HIP. Microstructure evolution and properties of ZTA15 alloy under the conditions of HIP and heat treatment as well as influences of room temperature and high temperature of 400 °C were analyzed and compared. With the increase of heat treatment times, the grain became round. During the multiple heating in ($\alpha+\beta$) region, the α plates were separated into small segments and became coarser. The microstructures changed from typical widmannstatten structure to basketweave structure and became more stable. The performance of room-temperature slightly decreased but the mechanical properties at 400 °C were almost equally with that in HIP state. Mechanical properties of ZTA15 alloy on room-temperature conform to the requirement of $R_m \geq 885$ MPa, $R_{p0.2} \geq 785$ MPa, $A \geq 5\%$, $Z \geq 12\%$. Mechanical properties of ZTA15 alloy on 400 °C meet the requirement of $R_m \geq 622$ MPa, $A \geq 10\%$. They can provide data support for thermal correction of casting.

KEY WORDS: titanium alloy; heat treatment; microstructure; mechanical property

ZTA15 合金仿制于俄罗斯 BT20J 钛合金^[1]，其名义成分为 Ti-6Al-2Zr-1Mo-1V，属于高 Al 当量近 α 型钛合金，具有良好的铸造工艺性能、焊接性能和综合力学性能。ZTA15 合金的室温力学性能与 ZTC4 合金相当，在 350~500℃时，合金强度明显高于 ZTC4 合金。近年来随着铸造技术水平的提高、热等静压(HIP)和特种热处理工艺的应用，ZTA15 合金铸件的质量和性能已经接近其变形件的水平，已经广泛应用于飞机、导弹、运载火箭和卫星等室温、高温承力构件^[2]。

钛合金结构件在承受高温热循环作用时，其性能会恶化，寿命会降低^[3]，许多研究者^[4-10]针对不同的钛合金，分析并研究了热处理次数对合金组织与力学性能的影响。许多大型薄壁复杂框型钛合金精铸件因铸件结构特点以及相应的技术难点，导致铸件在生产过程中出现尺寸迭代变形，需要通过多次高温热处理进行热矫正解决变形问题，提高铸件尺寸精度，同时要求力学性能需满足高温 400℃拉伸性能指标要求，因此，文中通过研究多次 920℃高温热处理对 ZTA15 合金铸件组织与性能的影响，旨在为铸件整体热矫正提供技术支持，同时以期对该材料推广应用提供可靠依据。

1 实验方法

ZTA15 合金铸锭按照表 1 所示的范围进行配制，铸件及附铸试样采用熔模精密铸造方法浇注成形，选用 Y₂O₃ 面层材料和 ZrO₂ 背层材料制备型壳。铸件浇注成形后通过热等静压处理，消除内部缩松、缩孔缺陷。热等静压工艺参数为：保压温度(920±20)℃，氩气压力 110~140 MPa，保温时间 2.0~2.5 h，随炉冷却至 300℃以下后出炉空冷。铸件在真空退火炉中使用专用的石墨型胎具进行整体热矫正，退火温度(920±20)℃，保温 1.5~2.0 h，随炉冷却至 300℃以下后出炉空冷。

试样取自 $\Phi 15\text{ mm}\times 120\text{ mm}$ 试棒，随铸件同炉热等静压后，在(920±20)℃退火温度下，分别循环退火 1, 2, 3, 4, 5 次。试样加工成标准拉伸件后，按照 GB/T 228.1 和 GB/T 4338 标准进行室温和高温 400℃力学性能拉伸。金相试样用 HF+HNO₃+H₂O（体积比为 1：1：7）腐蚀液侵蚀后，在光学显微镜下进行宏观和显微组织观察。在 20 和 400℃下，ZTA15 合金力学性能指标要求见表 2。

表 1 ZTA15 合金化学成分（质量分数）
Tab.1 Chemical composition of ZTA15 alloy (mass fraction) %

主要成分					杂质						
Ti基	Al	Zr	V	Mo	C	Fe	Si	O	N	H	余量
	5.5~6.8	1.5~2.5	0.8~2.5	0.5~2.0	≤0.13	≤0.30	≤0.15	≤0.16	≤0.05	≤0.015	≤0.30

表 2 ZTA15 合金力学性能指标要求
Tab.2 Mechanical property requirement of ZTA15 alloy

温度/℃	抗拉强度/MPa	屈服强度/MPa	伸长率/%	断裂收缩率/%
20	≥885	≥785	≥5	≥12
400	≥622		≥10	

2 实验结果与分析

2.1 化学成分

ZTA15 钛合金属于近 α 型合金，通过 α 稳定元素

Al 的固溶强化，同时加入少量的中性元素 Zr 和 β 稳定元素 Mo, V，使合金的热稳定性有所提高，并且提高合金在高温下的强度与抗蠕变性能，可在 500℃以下稳定使用^[2]。取浇注的 ZTA15 试样进行化学成分分析，结果见表 3。

表 3 ZTA15 化学成分检测结果（质量分数）
Tab.3 Testing result for composition of ZTA15 (mass fraction) %

编号	Al	V	Zr	Mo	Fe	Si	C	N	H	O
1	6.46	2.16	1.98	1.98	0.03	0.07	0.023	0.003	0.005	0.11
2	6.67	2.13	1.81	1.88	0.03	0.05	0.039	0.012	0.005	0.13
3	6.71	2.08	1.95	2.03	0.04	0.04	0.020	0.007	0.006	0.13

2.2 铸态组织与 HIP 组织

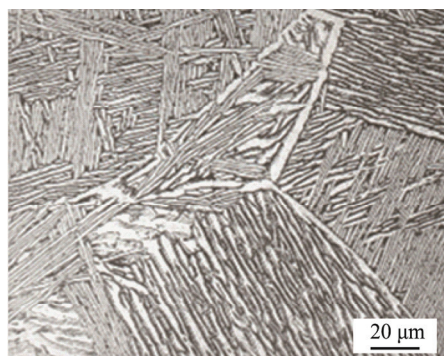
ZTA15 合金组织由 α, β 两相组成， α 相是该合金

的基本相，其数量、形状、尺寸直接决定于合金最终经历的热工艺。ZTA15 合金铸态组织和 HIP 组织见图 1。在铸造状态下典型组织为魏氏组织和网篮组织，

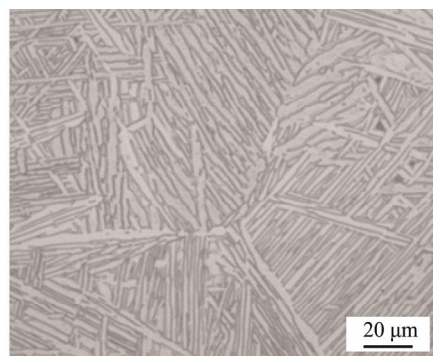
该组织在铸造浇注过程中直接由 β 相向 α 相转变形成,粗大晶界和粗大板条状组织随处可见,原始 β 晶粒清晰可见,显著的 α 相分别单独地沿着晶界出现,原生 β 晶粒在熔炼浇注过程冷却中转变成长,在不同的地方出现编织状,见图 1a。

热等静压(HIP)温度低于 β 相转变温度 (1000 ± 20) $^{\circ}\text{C}$,其获得的组织主要源于合金熔炼浇注冷却凝固时铸造组织的遗传,但与铸态组织不同的是:合金在 $\alpha+\beta$ 两相区的长时保温且高压作用下,晶

内 α 相组织粗化,晶界 α 相弱化并保留,组织以魏氏组织、网篮状组织为主,并有少量的块状 α 相分布其中。相组成主要是原生 α 相和 $\alpha+\beta$ 相的混合物,如图 1b 所示。由于魏氏组织中 α 相和 β 之间保持严格的晶体学位相关系,从而其组织具有顽强的“遗传性”^[5],通过常规热处理和非淬火条件下的循环热处理很难改善其组织结构,一般认为不能通过热处理对其进行强化,因此其供货状态通常为热等静压状态或者退火状态^[11]。



a 铸态组织



b HIP组织

图1 ZTA15 合金铸态组织和 HIP 组织

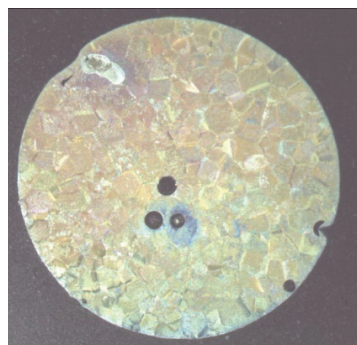
Fig.1 Cast microstructure and HIP microstructure of ZTA15 alloy

2.3 循环热处理组织

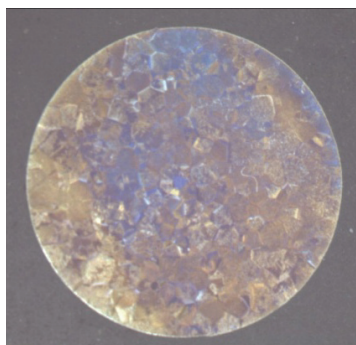
2.3.1 宏观组织

ZTA15 合金经 HIP 和循环热处理后的宏观组织

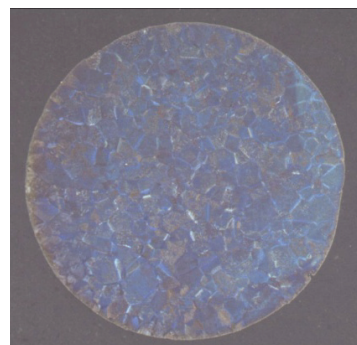
见图 2。可知, HIP 状态下晶粒棱角分明,随着循环次数的增加,晶粒度趋向圆润;5 次循环热处理对宏观组织没有太大影响,显示仍为清晰的粗晶。许多研究者^[12-16]认为在不同温度区间、不同冷却条件下变



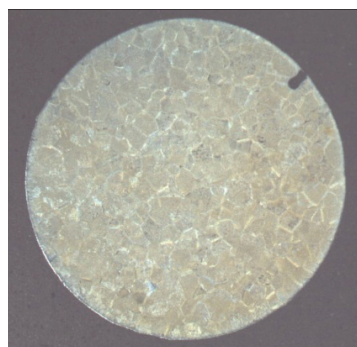
a HIP



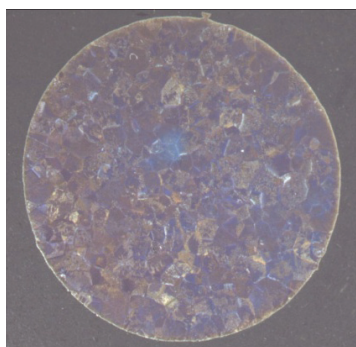
b 1次



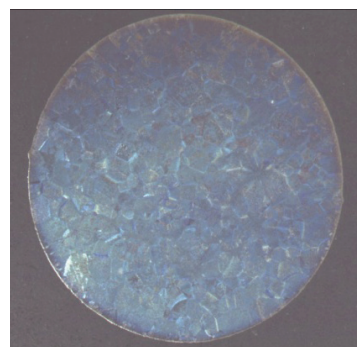
c 2次



d 3次



e 4次



f 5 次

图2 ZTA15 合金经 HIP 和循环热处理后的宏观组织

Fig.2 Macrostructure of ZTA15 alloy through HIP and multiple heat treatment

形和热处理,得到的组织差异很大,而 ZTA15 合金由于热等静压和循环热处理温度均低于 β 相转变温度,两种工艺的保温温度、保温时间及冷却速度基本相同,循环热处理组织“遗传”了热等静压组织;尽管循环热处理加热和冷却作用,使原始 β 晶粒的晶界 α 在溶解与析出过程中有所断开,但因常规热处理没有或者很少有新晶核形成,所以晶界 α 呈现网状或者断续的链状,原始 β 晶粒尺寸没有多大改变。

2.3.2 显微组织

ZTA15 合金经 HIP 和循环热处理后的显微组织见图 3。可知,第 1 次循环热处理的合金组织与热等

静压状态下存在明显差异,主要因素是热等静压状态形成的区域合金成分差异,使 α 相、 β 相在比例上发生了较大的变化;另一方面,热等静压储存在合金中的变形能出现释放,合金组织形貌也出现较大变化,热等静压组织中的 α 条经 1 次循环处理后趋向平直,见图 3a 和 3b。1 次循环后,晶界内较细的 α 条有些已经断开,晶界 α 也开始出现断裂的迹象,而较粗的 α 条基本不变,见图 3b。随循环次数的增多,绝大部分 α 条被碎断,形成网状结构,晶界 α 逐渐断裂;随着 α 相的不断析出,相邻的 α 条在不断合并粗化,见图 3c—3f。经 5 次循环热处理的试样几乎全部变成短 α 片网篮状组织形态。

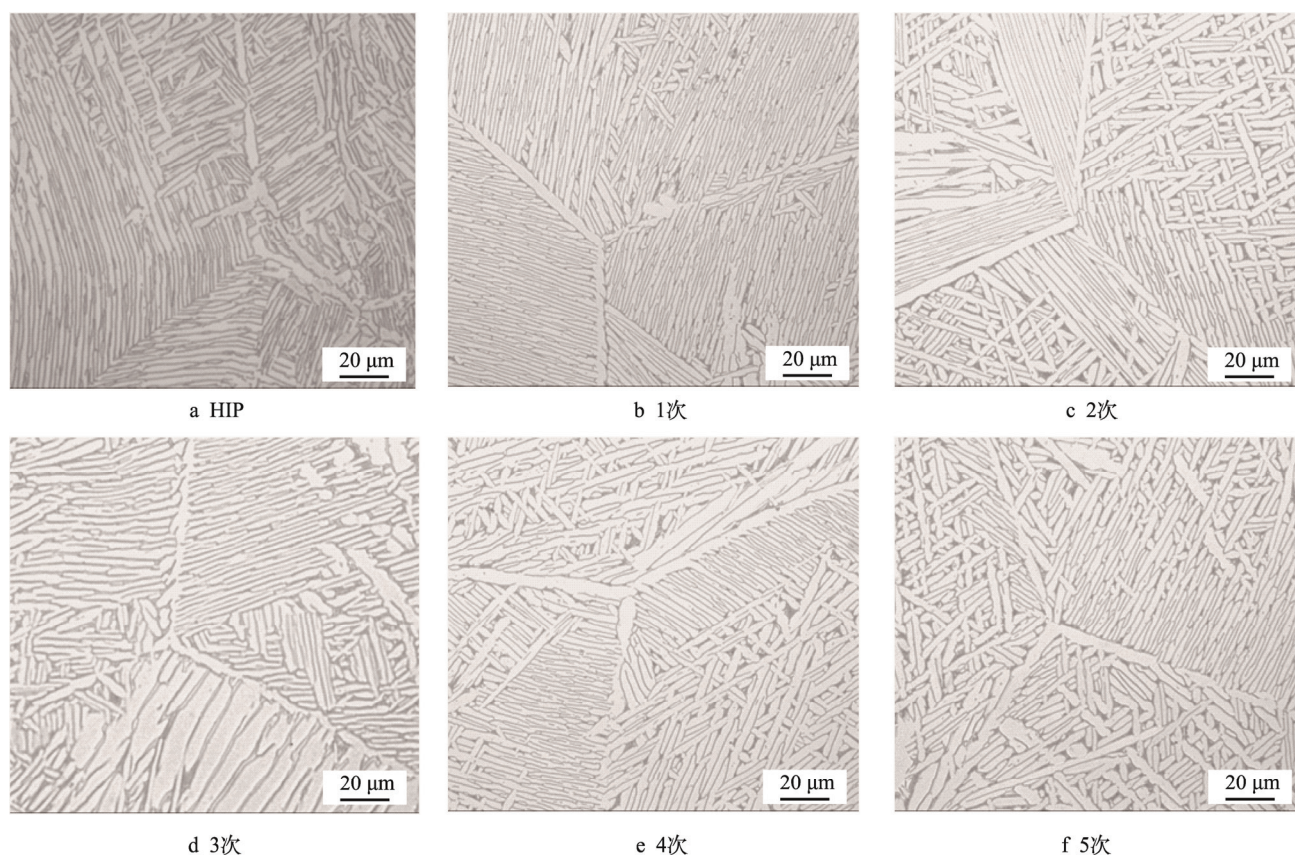


图3 ZTA15 合金经 HIP 和循环热处理后的显微组织

Fig.3 Microstructure of ZTA15 alloy through HIP and multiple heat treatment

2.4 力学性能

ZTA15 合金经不同热循环次数后的室温和高温 400 °C 拉伸性能见图 4,其中 0 次表示热等静压状态。第 1 次循环热处理,其室温抗拉强度较 HIP 状态有明显下降,主要原因为热等静压过程中的不稳定组织、成分开始向稳定方向发展。第 2、3 次热处理后,其室温抗拉强度达到峰值;第 4 次热处理后,其室温抗拉强度开始出现下降趋势。随着循环次数达到 5 次时,合金室温强度和塑性下降比较明显,主要是随着

循环次数的增加, β 相向着 α 相的不断微量转化积累至 α 片层在长度方向相连接,从而对性能影响较大。这说明循环热处理达到某次时,对合金性能影响是比较大的。随着循环次数的增加,高温 400 °C 的抗拉强度、屈服强度、伸长率、断面收缩率变化比较平缓,波动性较小,说明 ZTA15 合金在高温 400 °C 的强度和塑性比较稳定。ZTA15 合金试样经 5 次循环热处理后,室温和高温 400 °C 力学性能均能稳定满足表 2 指标要求。

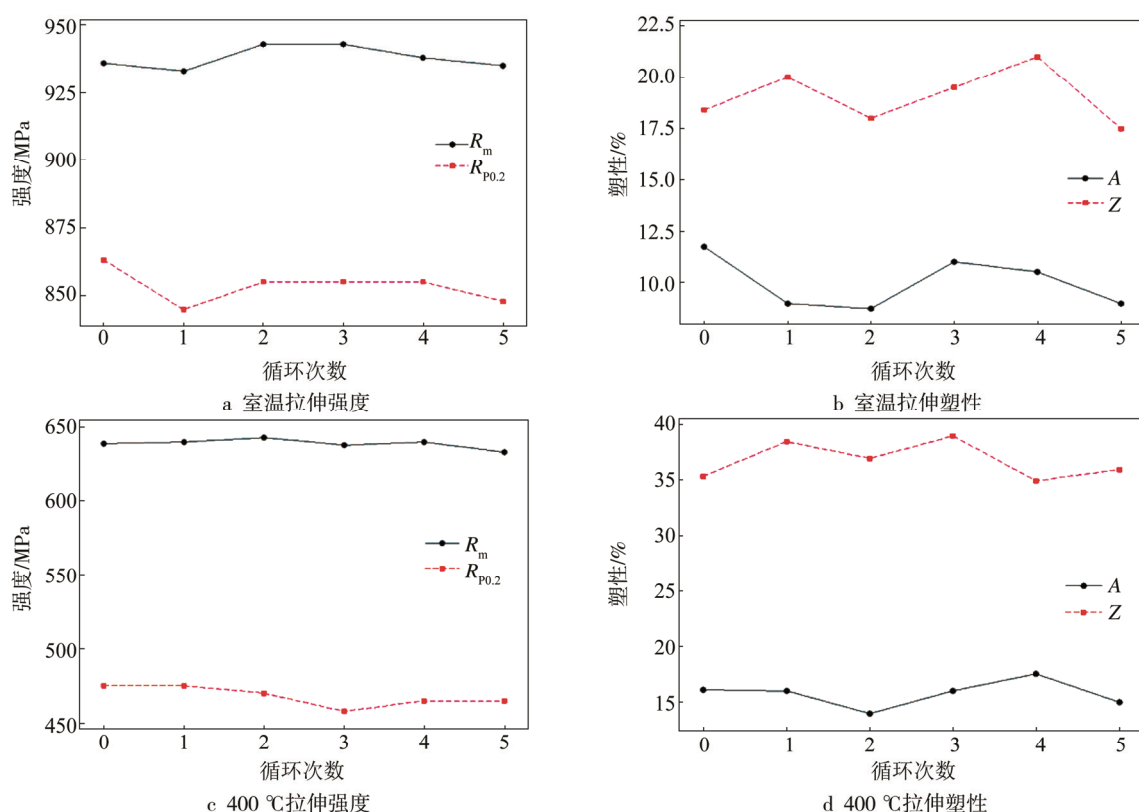


图4 ZTA15合金经HIP和循环热处理后的室温和400 °C拉伸性能

Fig.4 Tensile properties at room temperature and 400 °C of ZTA15 through HIP and multiple heat treatment

3 讨论

α 相的溶解与长大示意图见图5。关于ZTA15合金在 $\alpha+\beta$ 两相区循环热处理过程出现 α 条碎断、粗化的现象,与张帆^[5]、何军利^[11]等人对Ti-6Al-4V合金研究发现相一致,他们对该现象阐述了其形成的机制。该机制认为:在 $\alpha+\beta$ 两相区内,随着温度的升高, α 相不断溶解于 β 相中, β 相逐渐增加;在降温过程中,恰好相反。若 α 条较短,在高温阶段,溶解沿着 α 条的两端进行,但由于温度未超过 β 相变点, α 相不可能完全溶解,在高温下就会形成小点状 α (见图5a);在低温阶段, α 相又会沿着高温阶段未溶解的小点状 α 周围析出,在这一过程中, α 相的溶解与析出并不是完全可逆的,随着循环次数的增加,条状 α 的长径比逐渐减小(见图5b)。若 α 条较长,在高温阶段,溶解首先沿着 α 条中间薄弱区域进行,使得室温阶段的条状 α 相在高温阶段溶解成沿原 α 相排列的点状 α (见图5c);在低温阶段, α 相就会以高温下残留的 α 相为核心析出长大,当两小段 α 相长大相接触时,接触面就会形成界面,随着循环次数的增加,原先长条状的 α 相就会逐渐粗化(见图5d)。

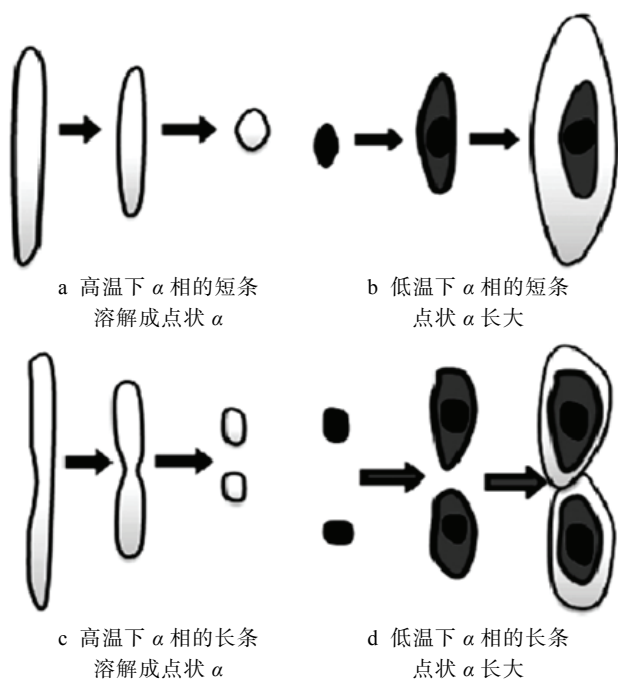


图5 α 相的溶解与长大

Fig.5 Dissolution and growing up of α phase

的现象,与张帆^[5]、何军利^[11]等人对Ti-6Al-4V合金研究发现相一致,他们对该现象阐述了其形成的机制。该机制认为:在 $\alpha+\beta$ 两相区内,随着温度的升高, α 相不断溶解于 β 相中, β 相逐渐增加;在降温过程中,恰好相反。若 α 条较短,在高温阶段,溶解沿着 α 条的两端进行,但由于温度未超过 β 相变点, α 相不可能完全溶解,在高温下就会形成小点状 α (见图5a);在低温阶段, α 相又会沿着高温阶段未溶解的小点状 α 周围析出,在这一过程中, α 相的溶解与析出并不是完全可逆的,随着循环次数的增加,条状 α 的长径比逐渐减小(见图5b)。若 α 条较长,在高温阶段,溶解首先沿着 α 条中间薄弱区域进行,使得室温阶段的条状 α 相在高温阶段溶解成沿原 α 相排列的点状 α (见图5c);在低温阶段, α 相就会以高温下残留的 α 相为核心析出长大,当两小段 α 相长大相接触时,接触面就会形成界面,随着循环次数的增加,原先长条状的 α 相就会逐渐粗化(见图5d)。

4 结论

ZTA15合金在 $\alpha+\beta$ 两相区内920 °C循环热处理过程中出现 α 条碎断、合并粗化,经5次循环热处理后,典型的魏氏体组织基本转变为网篮状组织。

经5次循环热处理后,ZTA15合金室温拉伸性能

较热等静压状态略有下降, 而高温 400 °C 性能与热等静压状态基本持平。

经热等静压及 5 次循环热处理的 ZTA15 合金具有良好的延展性, 其力学性能稳定, 能够达到如下指标要求: 室温抗拉强度 ≥ 885 MPa, 屈服强度 ≥ 785 MPa, 伸长率 $\geq 5\%$, 断裂收缩率 $\geq 12\%$; 高温 400 °C 时, 抗拉强度 ≥ 622 MPa, 伸长率 $\geq 10\%$ 。

参考文献:

- [1] BOPHCOBA E A. 钛合金金相学[M]. 陈石卿, 译. 北京: 国防工业出版社, 1986.
- [2] BORISOVA E A. Metallography of Titanium Alloys[M]. CHEN Shi-qing, Translate. Beijing: Defense Industry Press, 1986.
- [3] 黄旭, 朱知寿, 王红红. 先进航空钛合金材料与应用[M]. 北京: 国防工业出版社, 2012.
- [4] HUANG Xu, ZHU Zhi-shou, WANG Hong-hong. Advanced Aeronautical Titanium Alloys and Applications[M]. Beijing: Defense Industry Press, 2012.
- [5] 武维新, 张楠. 典型飞行事故调查与分析方法[M]. 北京: 国防工业出版社, 2008.
- [6] WU Wei-xin, ZHANG Nan. Investigation and Analysis for Typical Fly Accident[M]. Beijing: Defense Industry Press, 2008.
- [7] 窦兰芳. 循环热处理对 ZT-3 铸造钛合金组织和性能的影响[J]. 材料工程, 1982(4): 6—11.
- [8] DOU Lan-fang. Effect of Multiple Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of ZT-3 Alloy[J]. Journal of Materials Engineering, 1982(4): 6—11.
- [9] 张帆, 张宝昌, 何明, 等. 循环热处理对 Ti-6Al-4V 合金铸件粗大魏氏体细化作用的研究[J]. 金属学报, 1987, 23(5): 362—368.
- [10] ZHANG Fan, ZHANG Bao-chang, HE Ming, et al. Refinement of Coarse Widmanstien Structure in Ti-6Al-4V Casting by Multiple Heat Treatment[J]. Acta Metallurgica Sinica, 1987, 23(5): 362—368.
- [11] 姚锦声, 许嘉龙, 归军, 等. 循环热处理改善 BT9 钛合金铸态组织的机理[J]. 上海金属, 1989, 11(1): 16—19.
- [12] YAO Jin-sheng, XU Jia-long, GUI Jun, et al. Mechanism of Multiple Heat Treatment to Improve the Structure of BT9 Titanium Alloy[J]. Shanghai Metal, 1989, 11(1): 16—19.
- [13] 范文慧, 陈宗霖. 循环热处理改善 TC4 钛锻件热组织和性能的研究[J]. 技术情报(黎明厂), 1996(1): 10—15.
- [14] FAN Wen-hui, CHEN Zong-lin. Study on the Improvement of Thermal Structure and Properties of TC4 Titanium Forgings by Multiple Heat Treatment[J]. Technical Information(Li Ming Factory), 1996(1): 10—15.
- [15] 吕逸帆, 孟祥军, 李士凯, 等. 退火热处理对 TA15 钛合金组织性能的影响[J]. 材料开发与应用, 2009(10): 7—11.
- [16] LYU Yi-fan, MENG Xiang-jun, LI Shi-kai, et al. Effects of Annealing Heat Treatment on Microstructure and Properties of TA15 Titanium Alloy[J]. Development and Application of Materials, 2009(10): 7—11.
- [9] 赵永庆, 李文鹏, 魏建峰. 热循环温度对 Ti-6Al-4V 合金组织和力学性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2010, 20(1): 127—131.
- [10] ZHAO Yong-qing, LI Wen-peng, WEI Jian-feng. Effect of Thermal Cycling Temperature on Microstructures and Mechanical Properties of Ti-6Al-4V Alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2010, 20(1): 127—131.
- [10] 何军利, 毛小南, 张鹏省, 等. 循环次数对 TC4 钛合金组织和力学性能的影响[J]. 金属热处理, 2012, 37(5): 41—45.
- [11] HE Jun-li, MAO Xiao-nan, ZHANG Peng-sheng, et al. Effect of Cycling Times on Microstructure and Mechanical Properties of TC4 Alloy[J]. Heat Treatment of Metals, 2012, 37(5): 41—45.
- [11] 陈红, 刘宏宇, 苏贵桥, 等. ZTA15 铸造钛合金材料的性能与应用[J]. 铸造, 2007, 56(6): 645—647.
- [12] CHEN Hong, LIU Hong-yu, SU Gui-qiao, et al. Mechanical Properties and Application of ZTA15 Cast Titanium Alloy Material[J]. Foundry, 2007, 56(6): 645—647.
- [12] 李士凯, 惠松骁, 叶文君, 等. 冷却速度对 TA15ELI 合金组织与性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2007, 36(5): 786—789.
- [13] LI Shi-kai, HUI Song-xiao, YE Wen-jun, et al. Effect of Cooling Rate on the Microstructure and Properties of TA15 ELI Alloy[J]. Rate Metal Materials and Engineering, 2007, 36(5): 786—789.
- [13] FILIP R, KUBIAK K, ZIAJIA W. The Effect of Microstructure on the Mechanical Properties of Two-phase Titanium Alloy[J]. Journal of Materials Processing Technology, 2003, 133: 84—89.
- [14] LIU Yong, ZHU Jing-chuan. Effects of Triple Heat Treatments on Stress Relaxation Resistance of BT20 Alloy[J]. Mechanics of Materials, 2008, 40: 792—795.
- [15] 张旺峰, 王玉会, 李艳, 等. TA15 钛合金的相变、组织与拉伸性能[J]. 中国有色金属学报, 2010, 20(1): 523—527.
- [16] ZHANG Wang-feng, WANG Yu-hui, LI Yan, et al. Phase Transformation, Microstructures and Tensile Properties of TA15 Titanium Alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2010, 20(1): 523—527.
- [16] 王耀宁, 马红周, 郭志军, 等. 热处理对 BT-20 钛合金组织和性能的影响[J]. 热加工工艺, 2007, 36(12): 52—54.
- [17] WANG Yao-ning, MA Hong-zhou, GUO Zhi-jun, et al. Effects of Heat Treatment on Microstructure and properties of BT-20 Alloy[J]. Hot Working Technology, 2007, 36(12): 52—54.