

置氢 Ti-6Al-4V 合金组织演变与超塑性性能

侯红亮¹⁾ 黄重国²⁾ 王耀奇¹⁾

1) 北京航空制造工程研究所, 北京 100024 2) 北京科技大学土木与环境工程学院, 北京 100083

摘要 应用高温拉伸实验研究了氢对 Ti-6Al-4V 合金超塑变形行为的影响, 借助于 OM、SEM、TEM 和 XRD 等分析手段, 分析了氢对钛合金组织演变的影响. 结果表明: 氢可促进合金中 β 相数量的增加, 氢质量分数达到 0.2% 时合金出现马氏体组织, 并随着氢含量的增加而逐渐粗化; 适量的氢可以改善钛合金超塑变形行为, 如降低流动应力和超塑变形温度、提高应变速率敏感指数 m 值; Ti-6Al-4V 合金加入质量分数 0.1% 的氢, 其峰值流动应力降低 53%, 变形温度降低约 60 °C, 且由于氢的加入, 使得超塑变形后的位错密度减少, 说明氢促进了位错的运动.

关键词 钛合金; 置氢; 超塑性; 组织演变

分类号 TG 146.2

Microstructure evolution and superplasticity of hydrogenated Ti-6Al-4V titanium alloy

HOU Hongliang¹⁾, HUANG Zhongguo²⁾, WANG Yaoqi¹⁾

1) Beijing Aeronautical Manufacturing Technology Research Institute, Beijing 100024, China

2) School of Civil and Environmental Engineering, University of Science and Technology Beijing, Beijing 100083, China

ABSTRACT High temperature tensile experiments were carried out to investigate the effect of hydrogen on the superplastic deformation behavior of Ti-6Al-4V titanium alloy. The influence of hydrogen on the microstructure evolution of the alloy was analyzed by OM, SEM, TEM, and XRD. The results show that the amount of β phase in the hydrogenated alloy increases with increasing hydrogen content, and martensite begins to form while the mass content of hydrogen reaches to 0.2% and becomes coarser with the increase in hydrogen content. A reasonable hydrogen content can improve the superplastic behavior such as increasing the m value and lowering the flow stress and temperature. The addition of 0.1% hydrogen in Ti-6Al-4V alloy can result in a decrease in peak flow stress of 53% and a decrease in deformation temperature of 60 °C. Due to addition of hydrogen the dislocation density of the hydrogenated alloy after deformation is lower than that of the unhydrogenated alloy.

KEY WORDS titanium alloys; hydrogenation; superplasticity; microstructure evolution

氢作为一种 β 稳定元素可以降低 $\alpha + \beta/\beta$ 转变温度, 提高 β 相数量. 过量的氢可以导致钛合金服役过程发生氢脆, 但可以利用氢在钛合金中可逆合金化作用, 改善钛合金的加工性能, 如细化粗大的铸造组织、改善合金的热变形和切削加工性能, 然后利用真空退火去除钛合金中残余氢以达到安全水平^[1-6]. 国内关于氢对钛合金的加工改性作用的研究刚刚起步, 氢对钛合金超塑性的影响已有初步的探讨, 主要体现在氢对超塑性能的影响规律方面, 但

没有结合变形过程中的组织演变更深层次地分析氢对超塑性的影响本质^[7-10]. 本文通过高温拉伸实验, 应用 OM、SEM、TEM 和 XRD 等分析手段, 从钛合金组织演变的角度分析了氢对超塑性的影响规律.

1 实验方法

实验材料为 1.5 mm 厚 Ti-6Al-4V 合金板材, 经线切割加工成标距为 10 mm 的高温拉伸试样, 表

收稿日期: 2007-11-13 修回日期: 2008-03-12

作者简介: 侯红亮(1963-), 男, 研究员, 博士, E-mail: hou-hl@163.com

面清洗后置入自制的管式氢处理炉, 抽真空至 10^{-3} Pa, 加热至 $800\text{ }^{\circ}\text{C}$, 充入一定量的高纯氢气, 炉内氢分压趋于平衡时随炉冷却至室温. 氢定量采用高精度物理天平.

超塑拉伸实验在 MTS 试验机上进行, 加热炉为管式恒温热拉伸装置, 均温区长度大于 200 mm , 采用电力调整器通过 PID 闭环控制加热温度, 控温精度 $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, 用水玻璃作为试样高温防氧化涂料. 采用 OM 和 XRD 进行组织分析, 应用 SEM 和 TEM 进行位错分析.

2 结果与分析

2.1 氢对组织演变的影响

氢对 Ti-6Al-4V 合金微观组织的影响如图 1 所示. 合金原始组织为 $\alpha+\beta$ 两相组织, 随着氢含量的增加, β 相数量亦在增加, 当氢质量分数达 0.2% 时, 开始出现马氏体 α'' 相, 且在针状 α'' 组织中间还存在一些白色颗粒, 分析判断为未转变的 α 相. 此外, 随氢含量的增加, α'' 逐渐粗化, 未转变的 α 也明显减少.

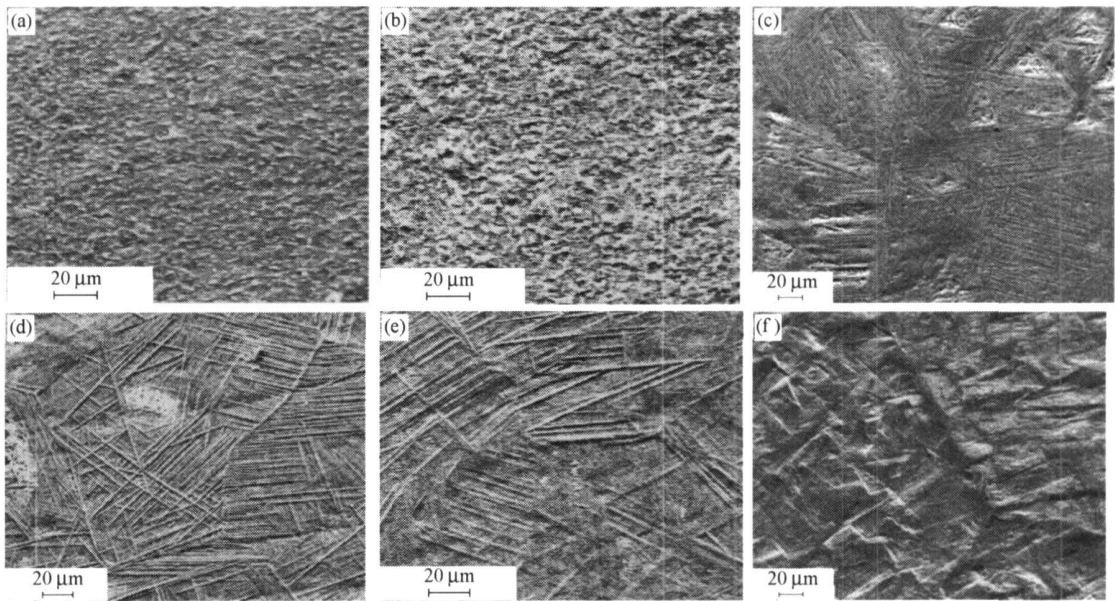


图 1 Ti-6Al-4V 合金微观组织演变. 氢质量分数分别为 0 (a), 0.1% (b), 0.2% (c), 0.3% (d), 0.4% (e) 和 0.5% (f)

Fig. 1 Microstructures of Ti-6Al-4V alloys with different mass fractions of hydrogen: (a) 0; (b) 0.1%; (c) 0.2%; (d) 0.3%; (e) 0.4%; (f) 0.5%

图 2 是不同氢含量 Ti-6Al-4V 合金的 X 衍射图谱. 结果与光学显微分析结果相一致, 且随着氢含量的增加, α'' 相和 β 相各晶面衍射峰所对应的 2θ 角向低角度方向移动. 分析认为, 氢作为 β 稳定元素, Ti-H 合金相图的 β 区增大, $\alpha\rightarrow\beta$ 的相变点降低; 合金中氢含量越高, $\alpha\rightarrow\beta$ 的相变点越低, 合金中 α'' 相和 β 相含量也越多; 另外, 由于氢的进入导致 β 相的点阵常数增大, 从而使 2θ 角向低角度方向移动.

图 3 是置氢试样在应变速率 10^{-3} s^{-1} 、 $840\text{ }^{\circ}\text{C}$ 拉伸变形后的组织. 低氢时(氢质量分数 0.1%), 变形后组织仍为两相等轴晶粒, 晶粒变形很小, 组织形态无明显变化, 但晶粒有所长大, β 相数量明显增加, 约达 40% . 随着氢含量的增加, 充氢后合金中 β 相逐渐转变为马氏体组织, 经拉伸变形后明显粗化, 且

晶粒间平行排列, 大部分组织呈现 β 转变特征, 主要是由于氢促进了 $\alpha+\beta/\beta$ 转变的原因.

2.2 氢对超塑变形性能的影响

氢对合金高温拉伸过程应力-应变的影响如图 4 所示, 应变速率和变形温度分别为 10^{-3} s^{-1} 和 $840\text{ }^{\circ}\text{C}$. 结果表明, 加氢后试样的流变应力明显低于未加氢合金的流变应力, 氢质量分数达 0.1% 时, 流变应力最低, 峰值流动应力下降 53% 左右, 且加氢试样的应力-应变曲线更趋平坦, 即变形过程中材料的加工硬化与再结晶软化相平衡, 说明氢促进了变形过程中再结晶作用. 应用速率突变法研究氢对应变速率敏感指数 m 的影响, 如图 5 所示. 随氢含量的增加, m 值呈现下降趋势, 但在氢质量分数为 0.1% 时, m 值达最大值, 说明 Ti-6Al-4V 合金置入 0.1% 的氢, 具有较小的流动应力和较高的 m

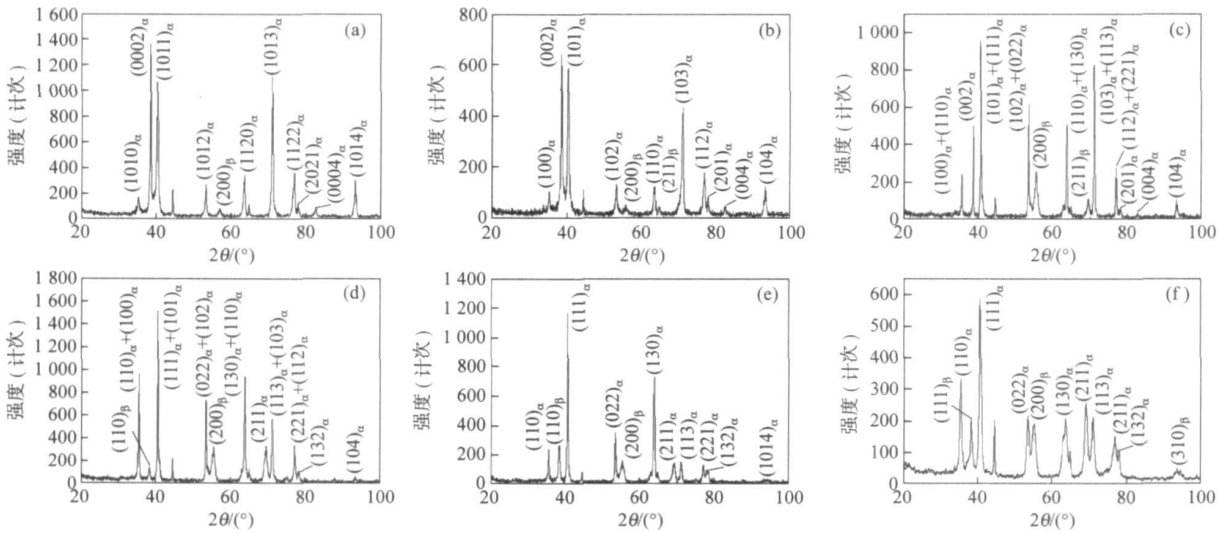


图 2 Ti-6Al-4V 合金的 X 衍射图谱. 氢质量分数分别为 0 (a), 0.1% (b), 0.2% (c), 0.3% (d), 0.4% (e) 和 0.5% (f)

Fig. 2 XRD patterns of Ti-6Al-4V alloys with different mass fractions of hydrogen: (a) 0; (b) 0.1%; (c) 0.2%; (d) 0.3%; (e) 0.4%; (f) 0.5%

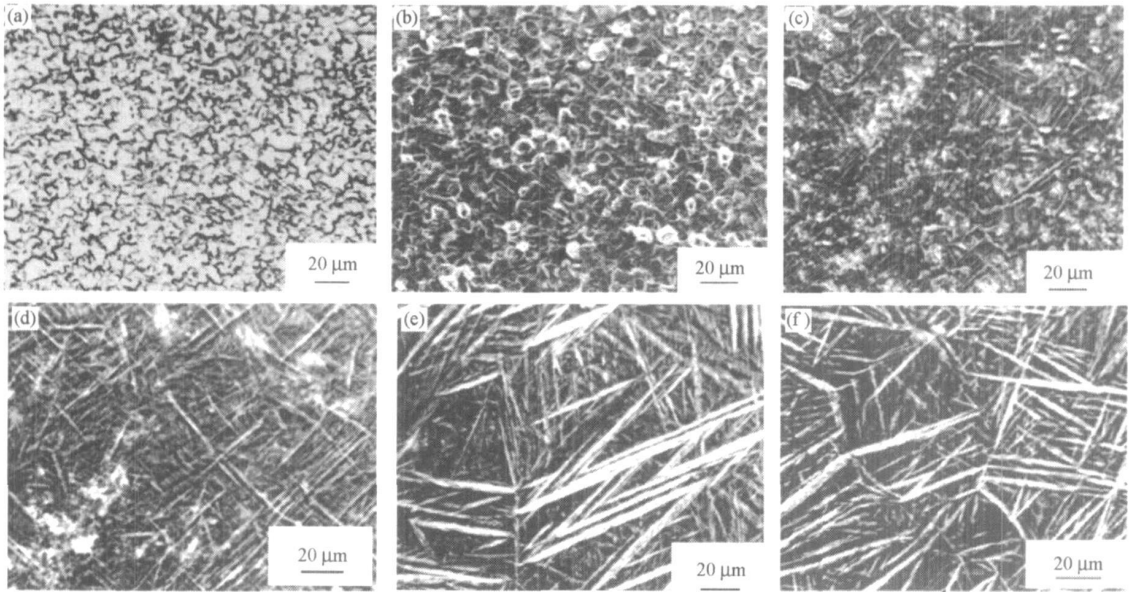


图 3 Ti-6Al-4V 合金高温变形后组织演变. 氢质量分数分别为 0 (a), 0.1% (b), 0.2% (c), 0.3% (d), 0.4% (e) 和 0.5% (f)

Fig. 3 Microstructures of Ti-6Al-4V alloys with different mass fractions of hydrogen after high-temperature deformation: (a) 0; (b) 0.1%; (c) 0.2%; (d) 0.3%; (e) 0.4%; (f) 0.5%

值,超塑性能较好. 但通过研究氢对延伸率的影响表明,置氢后合金的延伸率呈下降趋势,而置氢合金出现最大延伸率的温度向低温区移动,如图 6 所示. 随着变形温度的提高,置氢与未置氢合金的流动应力均呈下降趋势,见图 7 所示;主要是由于变形温度的升高,再结晶软化速率增大,位错密度减少,亚晶尺寸增大,导致流变应力下降. 低温时,置氢合金的

流动应力较未置氢合金大,主要是因为氢的固溶强化作用所致. 随着温度的升高,氢促进了合金的再结晶作用,使得置氢合金的流变应力下降幅度较未置氢合金大.

2.3 氢对位错密度的影响

通过对 840℃、 10^{-3} s^{-1} 高温变形后的试样断面进行 TEM 观察,分析其组织变化与位错增殖,结果

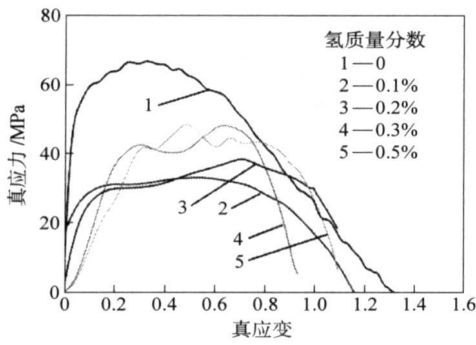


图 4 置氢 Ti-6Al-4V 合金高温拉伸真应力-真应变曲线
Fig. 4 True stress-true strain curves of hydrogenated Ti-6Al-4V alloys

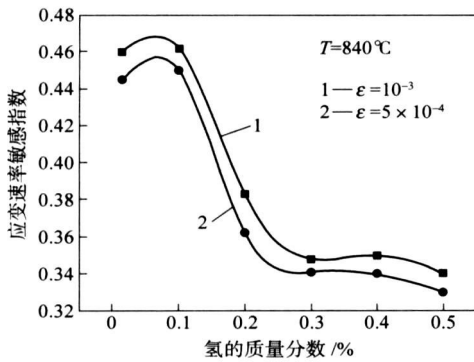


图 5 氢对 m 值的影响
Fig. 5 Influence of hydrogen on the m value

如图 8 所示, 未置氢合金拉伸变形后, 组织仍保持等轴的 $\alpha+\beta$ 晶粒, 晶粒尺寸有所增大, 晶内有较多

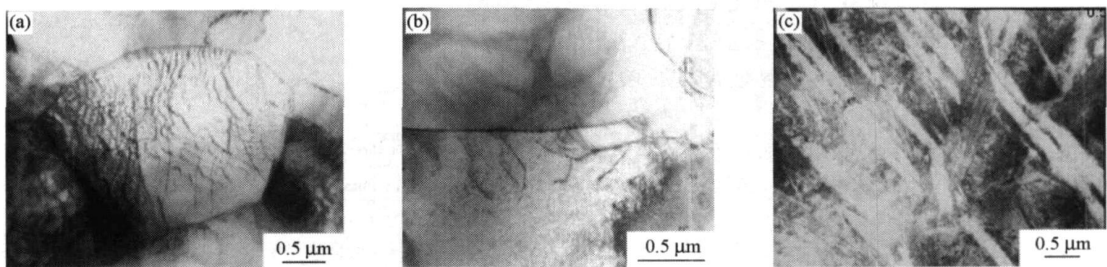


图 8 置氢 Ti-6Al-4V 合金变形后 TEM 照片. 氢质量分数分别为 0 (a), 0.1% (b) 和 0.5% (c)

Fig. 8 TEM images of hydrogenated Ti-6Al-4V alloys with different mass fractions of hydrogen after high-temperature deformation: (a) 0; (b) 0.1%; (c) 0.5%

为定量分析晶内位错的变化, 如果将无位错或很少数量的位错定义为 A, 少量位错定义为 B, 大量位错定义为 C, 如图 9 所示. 统计分析表明, 氢含量从 0.0% 变化到 0.5% 时, A 型位错从 5% 增加到

的位错; 置氢 0.1% 合金拉伸变形后的组织基本保持等轴状, 与未置氢合金相比, 位错密度降低, 且 β 晶粒沿 α 晶粒呈流动状, 说明 α, β 在这一阶段都参加了变形; 置氢 0.5% 合金拉伸变形后晶内位错密度进一步降低, 说明随氢含量的增加, 位错密度向低密度方向移动.

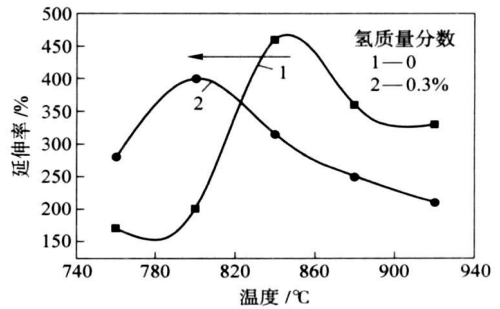


图 6 置氢 Ti-6Al-4V 合金延伸率变化
Fig. 6 Change in elongation of hydrogenated Ti-6Al-4V alloy

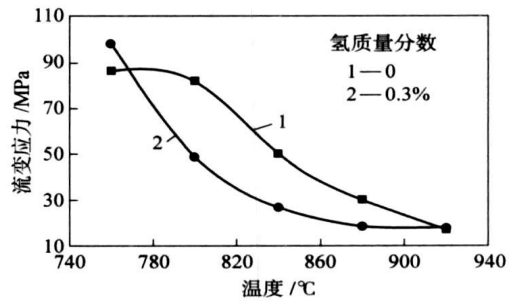


图 7 置氢 Ti-6Al-4V 合金流变应力变化
Fig. 7 Change in flow stress of hydrogenated Ti-6Al-4V alloy

20%, B 型位错从 45% 增加到 60%, C 型位错从 50% 下降到 20%, 如图 10 所示. 位错密度的降低意味着位错释放和攀移能力增强, 氢促进了位错的运动, 使变形更易于进行.

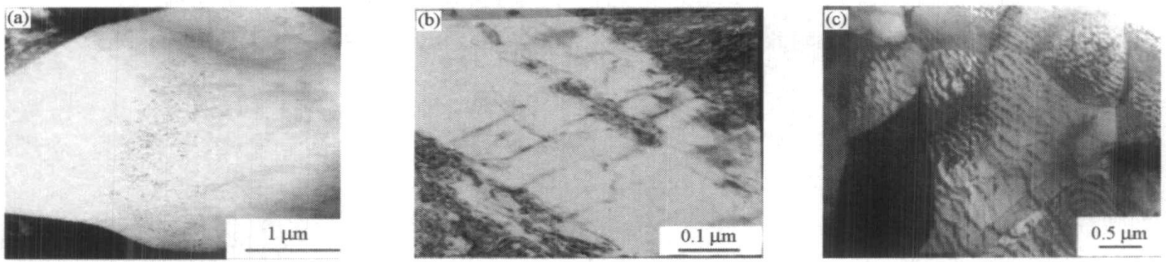


图 9 位错定义参考图. 氢质量分数分别为 0 (a), 0.1% (b) 和 0.5% (c)

Fig.9 Reference diagram for dislocation definition. The mass fractions of hydrogen are 0 (a), 0.1% (b), and 0.5%, respectively

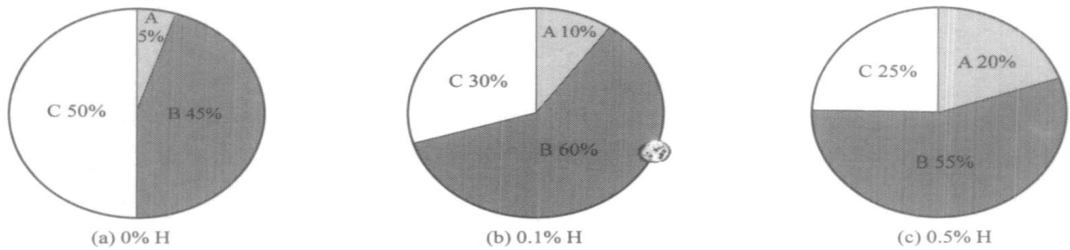


图 10 置氢 Ti-6Al-4V 合金变形后的位错分布图. 氢质量分数分别为 0 (a), 0.1% (b) 和 0.5% (c)

Fig.10 Dislocation distribution maps of hydrogenated Ti-6Al-4V alloys with different mass fractions of hydrogen after high-temperature deformation; (a) 0; (b) 0.1%; (c) 0.5%

3 结论

(1) 适量的氢可以降低钛合金的流变应力和变形温度, 并提高应变速率敏感指数 m 值; Ti-6Al-4V 合金置入 0.1% 的氢, 其峰值流动应力下降 53%, 变形温度下降约 60 °C.

(2) 氢对钛合金组织演变有着重要的影响. 随着氢含量的增加, β 相数量增加; 氢质量分数达 0.2% 时, 合金中出现马氏体, 并随着氢含量的增加而逐渐粗化.

(3) 氢不仅可以促进钛合金变形过程中再结晶作用, 而且可以促进位错的运动, 使变形更易于进行.

参 考 文 献

[1] Hou H L, Li Z Q, Wang Y J. Technology of hydrogen treatment for titanium alloy and its application prospect. *Chin J Nonferrous Met*, 2003, 13(3): 533
(侯红亮, 李志强, 王亚军. 钛合金氢处理技术及其应用前景. 中国有色金属学报, 2003, 13(3): 533)

[2] Kolachev B A, Mitin B B, Talaaev V D. Hydrogen technology of titanium alloys. *Aviat Manuf*, 1991(1): 58

[3] Su Y Q, Luo L S. Influence of hydrogen on microstructure in room temperature for Ti-6Al-4V alloy. *Mater Sci Technol*,

2005, 13(1): 103

(苏彦庆, 骆良顺. 置氢对 Ti-6Al-4V 合金室温组织的影响. 材料科学与工艺, 2005, 13(1): 103)

[4] Gong B, Lai Z H. Improving microstructure and performance on $\alpha+\beta$ titanium alloy by chemical process. *Chin J Nonferrous Met*, 1994, 4(3): 86
(宫波, 赖祖涵. 用热化学处理改善 ($\alpha+\beta$) 型钛合金的组织力学性能. 中国有色金属学报, 1994, 4(3): 86)

[5] Ding H, Gao J C, Zhang C P. Effects of hydrogen on microstructure and superplasticity for Ti₃Al-Nb. *J Iron Steel Res*, 2000, 12(2): 48
(丁桦, 高建成, 张彩培. 氢对 Ti₃Al-Nb 合金超塑性和组织结构的影响. 钢铁研究学报, 2000, 12(2): 48)

[6] Senkov J J. Dynamic strain aging and hydrogen induced softening in alpha titanium. *Metall Mater Trans*, 1996, 27: 1877

[7] Zhang Y, Zhang S Q. Hydrogenation characteristics of Ti-6Al-4V cast alloy and its microstructural modification by hydrogen treatment. *Int J Hydrogen Energy*, 1997, 22(2/3): 161

[8] Zhang H, Lam T F, Xu J L. The effect of hydrogen on the strength and superplastic deformation of beta titanium alloys. *J Mater Sci*, 1996, 31: 6105

[9] Kahandel R, Yashi K. Recent advancement in superplastic forming and diffusion bonding (SPF/DB) technology // *Proceeding of ICSAM1997*. Bangalore, 1997: 687

[10] Salishchev G A, Valiakmetov O, Beck W, et al. Production of Ti-6Al-4V sheets for low temperature superplastic forming // *Proceeding of ICSAM2006*. Chengdu, 2006: 31