

第一届钛及钛合金会议文集

(第一册)

第一届钛及钛合金会议文集编辑小组编

上海科学技术情报研究所

前 言

在党的“十大”路线的光辉照耀下,1973年11月在宝鸡市召开了第一届钛及钛合金会议。会上提出一百多篇报告,其中有钛及钛合金的金属学、合金研制、熔铸、加工和焊接等方面的研究报告;有航空、宇航、化工和医疗等部门的应用报告。

钛及钛合金具有高的比强度、良好的抗腐蚀性和优异的低温性能等独特的优点,是一种新型的结构材料,已被广泛地应用在航空、宇航、造船、机械制造、石油化工和医疗等方面。

我国冶金战线和使用部门的广大工人、干部和技术人员,遵照毛主席“**备战、备荒、为人民**”的伟大教导,独立自主、自力更生、奋发图强、艰苦奋斗,在赶超世界先进水平的伟大实践中,坚持“**鞍钢宪法**”。在钛的研制、生产和使用方面均取得了可喜的成就。特别是无产阶级文化大革命以来,我国的钛工业获得了更加蓬勃的发展,钛及钛合金的应用日益广泛。

随着批林批孔运动普及、深入、持久的开展,一个抓革命、促生产的新高潮正在出现。

为了促进科学技术的交流,会议责成宝鸡有色金属研究所、冶金部有色金属研究院、冶金部金属研究所、上海钢铁研究所、苏家屯铜加工厂、抚顺钢厂和冶金部有色金属研究院广东分院组成“第一届钛及钛合金会议文集”编辑小组。经编辑小组审定、编排后分二册出版。

文集是遵照“**百花齐放、百家争鸣**”的方针编辑出版的,在学术观点和文章结构上一般未作大的修改。本文集的出版是初步尝试,由于我们水平的限制,难免有缺点错误,希望批评指正。

第一届钛及钛合金会议文集
编辑小组

目 录

第 一 册

一、金属学与合金
TC ₉ 合金热稳定性的研究1
TB ₂ 合金的再结晶17
Ti-679 合金在高温空气中氧的沾污25
轧制和热处理对 TC ₄ 棒材组织和性能的影响30
Ti-10Mo-8V-1Fe-3.5Al 合金时效强化机理的探讨36
用 X 射线测定钛合金焊接板材的残余应力42
TC ₄ 合金中等轴 α 相含量的测定46
用 X 射线衍射仪测定 TC ₄ 合金中的 α 、 β 相的含量51
TC ₄ 合金相变点测定55
几种钛合金板材结构的测定60
钛及其合金相变和晶界迁移过程的观察67
对耐热钛合金合金化的一些探讨70
介稳定 β 型钛合金 TB ₂ 的研制87
Ti-12Mo-4V-2Cr-3Zr-4.5Al 合金的研制95
Ti-2.25Al-11Sn-5Zr-1Mo-0.25Si 合金的研制102
耐蚀钛合金的研究113
钛钼系耐蚀钛合金120
二、熔铸与粉末冶金
含钼钛合金中钼夹杂的消除126
ϕ 490 和 ϕ 518 毫米钛锭的熔炼工艺142
钠还原海绵钛的熔炼149
真空自耗电弧凝壳炉熔铸工艺153
钛的真空铸造163
等静压制异型钛粉末制品的工艺研究170
残钛回收173
粉末冶金法回收残钛180
三、加工工艺
TC ₄ 合金锻造工艺、组织和性能的研究189
TC ₄ 合金锻造生产工艺200
TC ₄ 合金大尺寸锻件210
TC ₄ 合金饼与环的锻造215

TC ₄ 合金轴颈锻造	224
钛人工关节试制	229
TC ₉ 合金棒材轧制	234
TA ₇ 合金板材的生产	247
TC ₁ 合金板材的生产	253
钛合金角材研制	264
钛合金型材试制	277
Ti-2.5Cu 合金板材试制	288
钛管的热轧穿孔	300
钛铜双金属棒挤压	309
Ti-8Al-1Mo-1V-0.4Fe-0.4Cr-0.2Si 合金强力旋压	313
Ti-15Mo 合金线材试制	325
钛-钢爆炸复合板	338
钛及钛合金板材碱洗试验	348
四、焊接	
高频感应焊接钛管试验	357
氩弧焊接钛管工艺研究	367
钛与钢和钛-钢复合板的焊接	379
钛合金与 Nb-752 合金焊接接头的组织和性能	392
Ti-10Mo-8V-1Fe-3.5Al 合金焊接接头的组织和性能	398
TC ₃ 合金焊接接头组织和性能的研究	413
TA ₇ 合金氩弧焊焊接气孔问题的研究	426
五、在化工、医疗上的应用	
20 平方米钛阳极电解槽试验	436
钛制氯气冷却器	447
钛及钛合金在几种盐的盐酸水溶液中的腐蚀试验	455
钛-钢复合板制聚酯氧化塔	458
钛镀铂工艺及其阳极性能的研究	469
钛制人造骨关节的实验研究和临床应用	474
钛制人工关节的临床应用	482
钛制骨关节临床应用 25 例	486

TC₉合金热稳定性的研究

宝鸡有色金属研究所, 抚顺钢厂, 六二一所

一、前言

TC₉合金是Ti、Al、Mo、Sn和Si五组元的 $\alpha+\beta$ 型耐热钛合金。名义成分为Ti-6.5Al-3.5Mo-2.5Sn-0.3Si。它具有较高的耐热强度,是制造使用温度较高的喷气发动机压气机叶片和盘的一种结构材料。在生产和应用中,曾发现该合金热稳定性随工艺制度变化而变化较大。为了稳定合金生产工艺和提高合金热稳定性,对TC₉合金热稳定性的物理本质开展了一些研究工作。

在耐热钛合金使用的温度范围内,热暴露过程中合金内部已有原子扩散进行。表面气体H₂、O₂逐步向合金内部扩散,这些原子扩散的速度都和热暴露的温度密切相关。因此,钛合金的热稳定性对温度是非常敏感的。当前钛合金长期的使用温度没有超过500°C。一些已知的耐热钛合金如IMI-679、Ti-8Al-1Mo-1V及Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo等都限制在480°C以下的温度使用。IMI-684、BT9等合金虽然介绍的使用温度较高,但尚未见到实际使用的温度数据。这些合金在高温下使用同样存在着热稳定性问题。

TC₉合金由于要求在500°C下长期使用,因此对TC₉合金热稳定性的研究不但对掌握TC₉合金生产工艺和改善TC₉合金热稳定性是必要的,而且对提高钛合金使用温度也是很重要的。

以下介绍对TC₉合金热暴露前后内部组织变化和表面空气污染所进行的研究。

二、试验用原材料

本试验所用的材料为热轧棒材。铸锭系二次真空自耗电极电弧熔炼,直径为 $\phi 380$ 毫米,经过锻造轧制成直径为 $\phi 22$ 毫米棒材。铸锭化学成分见表1。

表1 铸锭化学成分

合金元素	Al	Mo	Sn	Si	Fe	C	O	H	Ti
%含量	6.28	3.58	2.65	0.38	0.12	0.019	0.096	0.0058	余量

三、试验过程和结果

影响钛合金热稳定性的因素可以归纳为两个方面:一方面是合金内部组织在热暴露过程中的变化;另一方面是试样表面在热暴露中形成的气体污染层。

I. 内部组织变化的影响:

为了弄清 TC₉ 合金的内部组织变化与热稳定性的关系, 对不同温度轧制后和 500°C 热暴露前后 TC₉ 合金的机械性能、初生 α 相含量、 β 相含量及元素组成以及氢、氧含量等方面的变化进行了观测。现将一些 TC₉ 合金棒材在不同热轧工艺后的机械性能列于表 2。

表 2 TC₉ 合金棒材机械性能

棒材号	终轧温度 °C	退火状态室温拉伸性能				500°C持久强度 $\sigma = 62 \frac{\text{公斤}}{\text{毫米}^2}$ 小时	冲击韧性 a_k $\frac{\text{公斤} \cdot \text{米}}{\text{厘米}^2}$	500°C/100 小时试样 热暴露室温拉伸性能			500°C/100 小时毛坯 热暴露室温拉伸性能		
		$\sigma_b, \frac{\text{公斤}}{\text{毫米}^2}$	$\sigma_s, \frac{\text{公斤}}{\text{毫米}^2}$	$\delta, \%$	$\psi, \%$			$\sigma_b, \frac{\text{公斤}}{\text{毫米}^2}$	$\delta, \%$	$\psi, \%$	$\sigma_b, \frac{\text{公斤}}{\text{毫米}^2}$	$\delta, \%$	$\psi, \%$
8-3	930	131.5	127.6	15	47.8	69	3.1	134.9	13.8	46.7	134.2	13.2	48.2
5-1	1000	131.5	128.6	17	46.3	>100	3.6	131.7	7.6	8.7	131.3	17	43.1
5-2	980	129	125.3	17.3	46.3	83; >100	3.81	130	13	30.5	130	14.6	45.5
5-3	960	129.6	125.7	16.8	46.7	75	3.25	131.2	12.2	32.3	128.8	15.0	42.7
4-1	1000	128.1	126	17	48.2	>100	4.0	129.3	11.2	11.3	133.6	16.8	43.4
4-4	980	127.2	124.6	17.2	47.4	>100	4.0	129.4	16.4	45.1	129.7	17	45.1
4-2	960	129.2	125.8	15.4	45.9	67; >100	3.7	130.8	13.4	37.5	133.2	14.7	45
4-3	930	132.1	127.8	15.2	46.5	76	3.0	132.4	13.2	34.9	135	13.6	32.2
364-7-1	1015	125.3	121.2	16	47	>100*		127.9	15	39.9			
237-6	1020	131.2	131	12	34	71.5*	3.32	135	1.4	6.0			
739	1050	130.5	128.0	11.2	18.0	>100*	4.75	131.4	4.0	8.0			

注: 1. 试样热暴露系指已加工好的拉伸试样进行热暴露; 毛坯热暴露系指毛坯热暴露后再加工成拉伸试样。

2. 带 * 者为在 $\sigma=65$ 公斤/毫米² 应力下的 500°C 持久时间。

(一) TC₉ 合金棒材金相组织的观察

金相试样是切取棒材的横断面, 机械抛光后进行表面浸蚀。

电子显微镜观察的试样为醋酸纤维素纸二级碳复型。

通过对 TC₉ 合金棒材金相及电子显微镜观察看出: TC₉ 合金棒材的组织是由 α 和 β 相组成, 但 α 相和 β 相的数量、分布形态受棒材热轧工艺影响很大。热轧后的组织形态和合金性能之间存在着密切的联系。综合历次不同工艺条件下棒材的金相组织, 大致可以归纳为以下几种组织类型。

1. 细长平直的针状组织

在这种金相组织中, 可清晰地看到原高温 β 相晶界, 在此 β 晶界以内由排列较规则的细长平直的 α 和 β 相组成, 一般称为魏氏组织。这类组织是在 $\alpha+\beta/\beta$ 相变点以上加热轧制时形成的。TC₉ 合金 $\alpha+\beta/\beta$ 相变温度为 1000~1020°C。1050°C 加热轧制的棒材即出现此种组织。具有这种组织的棒材在 600°C/1 小时退火状态及 500°C/100 小时热暴露后的室温塑性都很差。由于这类组织的棒材热轧加热温度高于 $\alpha+\beta/\beta$ 相变温度, 组织中保留有原始 β 晶界, 这种组织引起钛合金的所谓 β 脆性。具有这种组织的棒材如 739 号轧棒, 它的热轧加热温度是 1050°C, 它的金相组织示于图 1。600°C/1 小时退火状态塑性 ($\delta=11.2\%$, $\psi=18.0\%$) 和 500°C/100 小时热暴露后塑性 ($\delta=4.0\%$, $\psi=8.0\%$) 都很低, 但持久性能

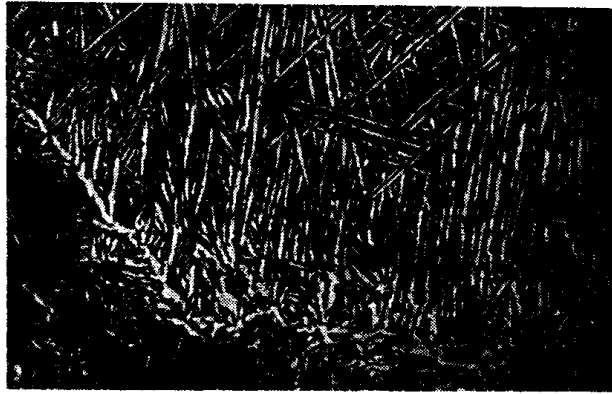


图1 739号棒材轧制温度1050°C, 600°C/1小时, 空冷。(×500)

(500°C/65公斤/毫米²>100小时)良好。

2. 网篮状组织及网篮状加少量初生 α 相组织

TC₉合金热轧加热温度在略低于或相当于 $\alpha+\beta/\beta$ 相变温度轧制后获得的是这种类型的组织。在这种组织中 α 及 β 相呈扭曲细条状分布,原 β 晶界已在变形中被破碎。具有这种组织的棒材如:237,5-1,4-1等棒材。它们的热轧加热温度在1000~1020°C温度范围内,金相组织示于图2、3中。具有这种组织的棒材退火状态塑性良好,持久性能合格;但500°C/100小时热暴露后塑性变得很差。例如237棒材组织呈扭曲短条状,在600°C/1小时退火状态下,它的延伸率 $\delta=12\%$, $\psi=34\%$,热暴露后它的 $\delta=1.4\%$, $\psi=6.0\%$ 。5-1棒材组织中含有少量初生 α 相,它的退火状态塑性 $\delta=17\%$, $\psi=46.3\%$,热暴露后塑性为 $\delta=7.6\%$, $\psi=8.7\%$ 。

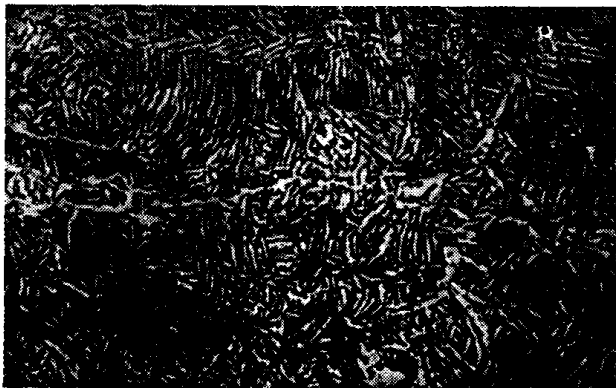


图2 237棒材轧制温度1020°C
600°C/1小时,空冷。(×500)

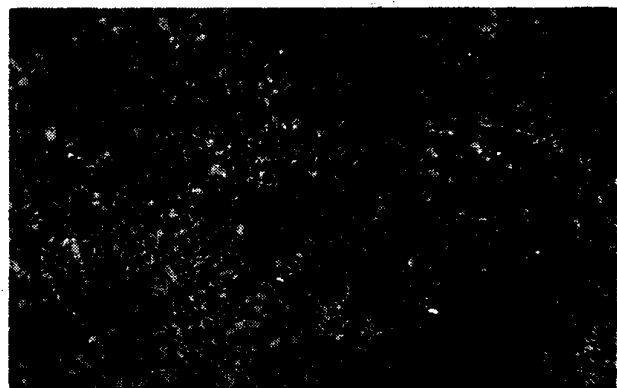


图3 5-1棒材轧制温度1000°C
600°C/1小时,空冷。(×500)

3. 具有中量初生 α 相的等轴组织

在 $\alpha+\beta/\beta$ 相变点以下的适宜温度热轧时形成这种组织,也就是加热温度约为 $\alpha+\beta/\beta$ 相变温度以下30~50°C,如980°C加热轧制。这时组织中含有约20~30%等轴初生 α 及细条状的 $\alpha+\beta$ 。具有这种类型组织的棒材有良好的综合性能及热稳定性。如在980°C加热轧制的4-4棒材即为这种组织类型,如图4所示。在600°C/1小时退火状态下,它的塑性为 $\delta=17.2\%$, $\psi=47.4\%$ 。500°C/100小时热暴露后,它的塑性为 $\delta=16.4\%$, $\psi=45.1\%$ 。这种组织类型是TC₉合金目前在生产工艺中要求获得的组织。它有良好的综合性能,与其他轧棒相比,其持久强度、 a_k 值最好500°C,应力62公斤/毫米²时,大于100小时, $a_k=4$ 公斤·米/厘米²)。

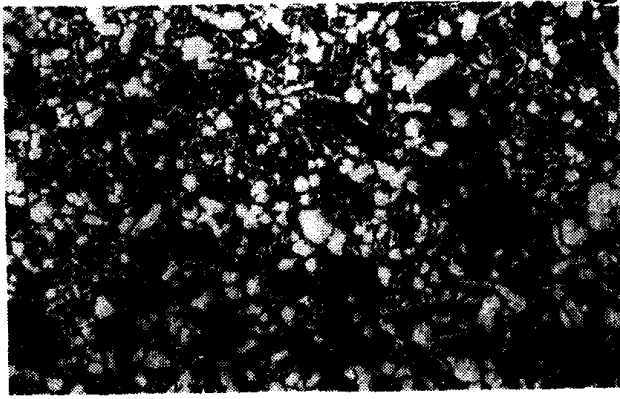


图4 4-4棒材轧制温度 980°C
600°C/1小时,空冷。(×500)

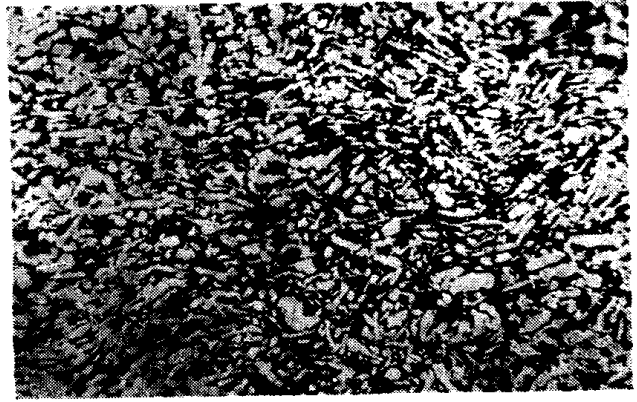


图5 4-3棒材轧制温度 930°C
600°C/1小时,空冷。(×500)

4. 大量初生 α 相的等轴组织

这种组织是在 $\alpha+\beta/\beta$ 相变点以下较低的加热温度下热轧变形后形成的,它含有多达30~40%的初生 α 相。 TC_9 合金在低于960°C以下温度加热轧制的棒材即具有这种组织类型。如930°C加热轧制的4-3棒材。棒材4-3的金相组织示于图5。它的退火状态塑性 $\delta=15.2\%$, $\psi=46.5\%$;热暴露后,塑性为 $\delta=13.2\%$, $\psi=34.9\%$ 。具有这种组织类型的棒材退火后塑性良好,热暴露后塑性较第三类略有下降,且塑性数据波动较大,而持久性能较低。

电子显微镜复型观察 $\alpha+\beta$ 相区,可清晰地看到由长条形 α 和 β 相组成。等轴组织中的初生 α 相区仍然是很光滑的,没有析出物。从热暴露前后试样组织对比观察中,看到 $\alpha+\beta$ 相区在热暴露过程中有聚集现象。以364-7-1棒材为例,从图6、7中可以看出热暴露后合金中 $\alpha+\beta$ 相区中相的轮廓变得更加清晰。

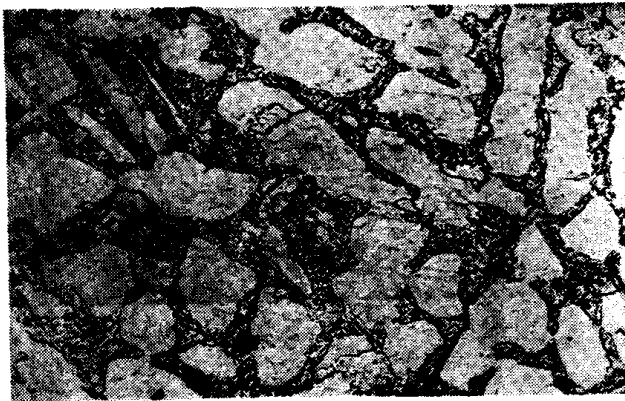


图6 364-7-1棒材
600°C/1小时,空冷。(×4000)



图7 364-7-1棒材
600°C/1小时空冷+500°C/100小时空冷。(×4000)

(二) TC_9 合金组织中 β 相含量及元素组成的分析

在探求 TC_9 合金热稳定性变化的原因时,对各种工艺制度获得的 TC_9 合金棒材进行了 β 相含量的测定并分析了 β 相中元素的组成。

1. 实验方法

采用X射线衍射法测定 β 相含量,X射线衍射定量法要求被测样品具有细晶粒组织、并且没有加工结构存在方可测得准确的结果。而热轧的 TC_9 合金棒材存在着不同程度的加工结构,这对测定合金中 β 相含量影响很大。为了减少晶体择优取向(织构)对 β 相定量

的影响,采用了不同的方法来消除织构影响。

1) 将试样截取纵横断面,分别测定两个断面上 β 相含量求取平均值。

2) 将试样取成五面柱体,测定每个侧面及底面上三对衍射线,这样六个面18个测定结果,再求得统计平均值。这个方法工作量较大,但对消除织构影响效果较好。

β 相元素组成的分析是把电解分离收得的 β 相粉末用化学分析的方法测定的。

2. 实验结果

为了分析方便,将测得的TC₉合金棒材的 β 相含量、 β 相元素组成以及各种工艺制度的棒材经600°C/1小时、空冷退火状态和500°C/100小时热暴露后的机械性能汇集列于表3。

表3 TC₉合金棒材组织中 β 相含量及元素组成

棒材号	热处理	β 相含量, %		β 相元素组成, %				机械性能		
		β	$\Delta\beta$	Mo	Al	Sn	Si	σ_b , $\frac{\text{公斤}}{\text{毫米}^2}$	δ , %	ψ , %
4-4	退火	14.6		21.84	3.03	2.20	0.28	127.2	17.2	47.4
	热暴露	13.1	-1.5	24.24	2.22	2.03	0.11	129.4	16.4	45.1
364-2-5	退火	15.3		12.9		1.53	0.13	119.2	15.2	26
	热暴露	13.8	-1.5	19.1		1.91	0.17	121.1	13.2	24.7
4-1	退火	15.9		22.2	4.22	2.90	0.31	128.1	17.0	48.2
	热暴露	13.9	-2.0	24.8	3.30	2.40	0.20	129.3	11.2	11.3
364-7-8	退火	17.1		9.9		1.20	0.19		10.6	28.1
	热暴露	14.8	-2.3	14.0		1.62	0.23		9.8	18.5
73-16	退火	20.0						121.7	7.6	14.2
	热暴露	16.8	-3.2					123.9	6.8	12.0
364-7-2	退火	19.5						124.5	9.6	27
	热暴露	14.9	-4.6					127.6	4.6	11.4
739	退火	20.2*						130.5	11.2	18.0
	热暴露	15.1*	-5.1					131.4	4.0	8.0

注: (1) 退火制度为600°C/1小时、空冷,热暴露系指退火后又经500°C/100小时空气加热。

(2) *为采用纵横断面测量一对线的平均值;其余皆为采用五面柱体求六个面18个衍射定量的平均值。

从表3看出下列变化规律:

1) TC₉合金经500°C/100小时热暴露后,不论采用那一种工艺制度,合金中 β 相含量都一致地降低了。这说明500°C/100小时热暴露促使了合金组织中亚稳 β 相的分解。

2) 对电解分离的 β 相进行分析的结果表明, β 稳定元素Mo在 β 相中富集了, α 稳定元素Al在 β 相中降低了;而元素Sn和Si无明显的变化规律。由Al、Mo元素含量的变化说明经过热暴露后合金组织中 β 相变得更稳定了。

3) 表3中所列各棒材是按它们的热稳定性优劣顺序排列的,而对应这些棒材的 β 相含量X射线衍射法测得的数据及热暴露前后 β 相转变量 $\Delta\beta$ 也有一个由上往下逐步递增的

变化。热稳定性较好的 4-4 棒材退火状态 $\beta=14.6\%$ ，热暴露后 $\beta=13.1\%$ ，热暴露前后 β 相变化量 $\Delta\beta=-1.5\%$ 。热稳定性较差的 739 棒材退火状态 $\beta=20.2\%$ ，热暴露后 $\beta=15.1\%$ ，热暴露前后 β 相变化量 $\Delta\beta=-5.1\%$ 。

总之，热稳定性较好的棒材合金组织中含有较低的 β 相含量，这种 β 相因 β 稳定元素较高，相对稳定性提高，热暴露过程中 β 相分解较少；而热稳定性较差的棒材组织中 β 相含量就较高， β 相的稳定性则较差， β 相在热暴露过程中分解也较多。这些现象说明，TC₉ 合金组织中亚稳定 β 相存在及分解是合金热稳定性变化的一个重要原因。

(三) TC₉ 合金中初生 α 相的含量与合金热稳定性的关系

一般地说， $\alpha+\beta$ 两相钛合金中初生 α 相的含量、形态和分布对合金的机械性能有一定的影响。因此，对 TC₉ 合金的初生 α 相进行了定量测定，实验选择不同机械性能的 4-1，5-1，4-4，8-3 棒材(机械性能参看表 2)，选取不同的视场拍成照片，然后剪取初生 α 相用称重方法进行测定，其结果如表 4 所示。

表 4 TC₉ 棒材初生 α 相重量法定量测定结果

试 样 号	试 样 状 态	初生 α 相相对含量, %	初生 α 相相对平均含量, %
5-1	600°C/1 小时退火	17.94	15.34
	试样 500°C/100 小时热暴露	23.34	
	毛坯 500°C/100 小时热暴露	5.74	
4-1	600°C/1 小时退火	10.99	16.44
	试样 500°C/100 小时热暴露	12.49	
	毛坯 500°C/100 小时热暴露	25.48	
4-4	600°C/1 小时退火	28.48	27.66
	试样 500°C/100 小时热暴露	25.10	
	毛坯 500°C/100 小时热暴露	29.40	
8-3	600°C/1 小时退火	46.85	49.42
	试样 500°C/100 小时热暴露	52.80	
	毛坯 500°C/100 小时热暴露	48.60	

从表 4 中的初生 α 相的含量数据与机械性能对照可以看出：

1. 热稳定性最好的 4-4 棒材中，热暴露前后的初生 α 相含量基本相同，初生 α 相的平均含量也较多，达 27.7%。

2. 热稳定性能较好的 8-3 棒材，在热暴露前后初生 α 相含量也基本相同，平均含量 49.4%，比其它棒材初生 α 相含量都高。

3. 热稳定性较差的 4-1，5-1 棒材初生 α 相含量在不同状态下波动较大，其平均含量也较低，即 4-1 棒材含有 16.4%，5-1 棒材含有 15.3%。但 500°C/100 小时热暴露不对初生 α 相含量造成明显的改变。因此，4-1，5-1 棒材在三种热处理状态中初生 α 相含量的波动可能是由于合金组织的不均匀性所引起的。

4. 从合金在 500°C/62 公斤/毫米² 应力下的持久强度性能看，初生 α 相含量对持久性能有影响，初生 α 相含量最多的 8-3 棒材的持久性能较差(小于 100 小时)，而其他三种棒材

持久性能都可大于 100 小时, 具有针状组织的棒材持久性能更好些。

从以上初生 α 相分析中可以粗略地归纳出下列关系:

TC ₉ 合金 机械性能	初 生 α 相 平 均 含 量 %		
	大 于 30	30~20	小 于 20
退火状态室温塑性 δ 、 ψ	好	好	好
热暴露后室温塑性 δ 、 ψ	好	好	差
500°C/62 公斤/毫米 ² 持久性能	差	好	好

值得指出的是: 对不同的轧棒虽然初生 α 相含量有多有少, 但其退火状态室温塑性(δ , ψ)都是良好的, 无显著的差别。而热暴露后塑性差别很大, 如 4-1、5-1 棒材经热暴露后塑性下降明显, 这可能是初生 α 相和 $\alpha+\beta$ 的数量、形态及分布等的不同而引起的。含有 20~30% 的等轴初生 α 及短细条状 $\alpha+\beta$ 的棒材(如 4-4)可得良好的综合性能。

(四) TC₉ 合金基体中气体(氢、氧)含量的测定

在高温下, 气体不仅能与合金的表面金属形成化合物, 而且能够渗入合金内部影响合金强度与韧性。一般认为氮在钛合金中的扩散速度较小, 不起作用。因此只进行了合金基体中氢、氧含量与热稳定性关系的工作, 其结果如表 5 所示:

表 5 TC₉ 钛合金基体气体含量

试 样 代 号	热 处 理 条 件			
	600°C/100 小时		600°C/100 小时+500°C/100 小时	
	H %	O %	H %	O %
364-1-2	0.0072	0.128	0.0061	0.138
5-1	0.0054	0.027	0.0038	0.057
4-4	0.0076	0.004	0.0074	0.028
8-3	0.0029	0.037	0.0043	0.075
5-3	0.0058	0.096		

从表 5 可以看出, TC₉ 合金在 500°C/100 小时热暴露前及热暴露后, 合金基体的氢、氧含量是较低的: H<0.012%、O<0.15%。

在这样低的氢、氧含量基础上, 合金 500°C/100 小时热暴露后氢含量的变化与合金的热稳定性能没有发现明显的对应关系; 而氧的含量虽然都有所提高, 但对热稳定性能仍无明显的对应关系。

II. 表面因素的影响

为了研究表面因素对 TC₉ 合金热稳定性的影响, 我们采用了“试样热暴露”与“毛坯热暴露”两种方式。前者指 $\phi 22$ 毫米的棒材在 600°C/1 小时、空冷退火后加工成 $\phi 5$ 毫米的拉伸试样, 经 500°C 热暴露后直接进行室温拉伸; 后者是指 $\phi 22$ 毫米棒材 600°C/1 小时、空冷退火、经 500°C 的热暴露后加工成 $\phi 5$ 毫米的拉伸试样, 然后, 进行室温拉伸试验。本试验中还采用了 $\phi 3$ 毫米的小型拉伸试样。

在真空中热暴露的试样表面为淡黄色；空气中热暴露的试样表面为蓝色，在经真空950°C/30分炉冷退火后，其表面由蓝色变为光亮的金属本色。

去除试样氧化层的方法有：(1)“φ22毫米毛坯热暴露”后机械加工成φ5毫米拉伸试样。(2)直接酸洗氧化层，(3)先用3#金相砂纸磨去2~5μ的深度再酸洗，(4)用喷丸的方法去除氧化层。

表面因素有很多，试验只着重研究了氧化层对TC₉合金热稳定性能的影响。

(一) 试样表面状态与机械性能的关系

具有不同表面状态的各种棒材拉伸试样的性能列入表6，试验结果表明：

表6 TC₉钛合金5-3、4-4、5-1、610棒材在各种处理状态下的室温拉伸性能

试样号	拉伸试样状态	σ _{0.2} , 公斤/毫米 ²		σ _b , 公斤/毫米 ²		δ, %		ψ, %		宏观断口性质
			平均		平均		平均		平均	
5-3-12	600°C/1小时,磨加工表面	122.8	123.1	126.8	127.0	14.2	14.1	46.7	48.5	韧断, 明显缩颈
5-3-13		123.3		127.1		14.0		50.3		韧断, 明显缩颈
5-3-1	600°C/1小时+500°C/200小时,氧化表面	126.3	126.1	128.8	128.9	15.8	14.4	38.3	33.9	韧断, 明显缩颈
5-3-2		125.8		129.5		14.4		36.2		脆断, 略有缩颈
5-3-3		126.3		129.3		13.0		27.3		脆断, 略有缩颈
5-3-4	600°C/1小时+500°C/200小时,打磨酸洗	126.8	127.3	128.3	128.7	15.1	14.9	41.8	43.1	韧断, 明显缩颈
5-3-5		127.3		129.3		14.7		43.7		韧断, 明显缩颈
5-3-6		127.8		129.3		14.9		43.7		韧断, 明显缩颈
5-3-7	600°C/1小时+500°C/500小时,氧化表面	128.8	129.0	129.8	130.4	—	—	—	—	脆断, 无缩颈
5-3-8		129.3		130.2		—		—		脆断, 无缩颈
5-3-9		128.8		130.3		6.9		12.5		脆断, 无缩颈
5-3-10	600°C/1小时+500°C/500小时,打磨酸洗	129.8	129.3	130.6	130.5	14.1	14.2	37.2	37.9	韧断, 明显缩颈
5-3-11		128.8		130.3		14.2		38.6		韧断, 明显缩颈
4-4-1	600°C/1小时+500°C/500小时,氧化表面	125.8	125.9	129.8	130.5	10.2	—	16.9	—	脆断, 无缩颈
4-4-2		125.8		132.4		—		—		脆断, 无缩颈
4-4-3		126.3		129.5		—		—		脆断, 无缩颈
4-4-4	600°C/1小时+500°C/500小时,打磨酸洗	126.8	127.5	130.1	130.4	12.6	13.1	36.2	37.2	韧断, 明显缩颈
4-4-5		127.3		130.3		13.8		38.0		韧断, 明显缩颈
4-4-6		128.3		130.8		13.1		37.3		韧断, 明显缩颈
4-4-7	600°C/1小时,磨加工表面	120.0	120.0	126.0	126.5	18.0	17.0	44.5	44.0	
4-4-8		120.0		127.0		16.0		43.5		
4-4-9	600°C/1小时+500°C/100小时,氧化表面	123.0	122.6	127.5	127.5	16.0	16.2	42.0	41.0	
4-4-10		122.5		127.0		16.0		41.5		
4-4-11		122.5		128.0		16.5		39.5		

(续表)

试样号	拉伸试样状态	$\sigma_{0.2}$, 公斤/毫米 ²		σ_b , 公斤/毫米 ²		δ , %		ψ , %		宏观断口性质
			平均		平均		平均		平均	
4-4-12	600°C/1小时+500°C/100小时, 酸洗	123.5	124.2	128.0	128.7	17.0	16.7	41.5	41.3	
4-4-13		124.0		128.5		16.5		40.5		
4-4-14		125.0		129.5		16.5		42.0		
4-4-15	600°C/1小时+真空500°C/100小时, 淡黄色氧化表面	123.5	123.8	128.0	127.8	17.0	17.0	36.0	40.0	
4-4-16		124.0		127.5		17.0		43.5		
4-4-17	600°C/1小时+真空500°C/100小时, 酸洗	123.0	122.8	127.0	127.0	19.5	17.3	49.0	45.0	
4-4-18		122.5		127.0		15.0		41.0		
5-1-13	600°C/1小时, 磨加工表面	125.3	124.8	128.6	127.9	15.0	15.6	47.3	44.8	韧断, 明显缩颈
5-1-14		124.8		127.8		15.1		44.6		韧断, 明显缩颈
5-1-15		124.3		127.3		16.1		42.4		韧断, 明显缩颈
5-1-4	600°C/1小时+500°C/100小时, 氧化表面	126.3	126.1	129.8	130.5	10.7	10.8	13.3	13.8	脆断, 无缩颈
5-1-5		126.3		130.2		9.9		12.9		脆断, 无缩颈
5-1-6		125.8		129.7		11.8		15.1		脆断, 无缩颈
5-1-1	600°C/1小时+500°C/100小时, 打磨酸洗	125.8	128.4	130.9	132.6	12.7	13.4	38.4	37.1	韧断, 明显缩颈
5-1-2		128.9		133.5		14.2		35.2		韧断, 明显缩颈
5-1-3		130.4		133.4		13.2		37.6		韧断, 明显缩颈
5-1-7	600°C/1小时+500°C/100小时, 喷丸表面	125.3	125.5	131.2	131.3	15.6	15.6	42.2	42.3	韧断, 明显缩颈
5-1-8		124.3		131.3		15.4		42.4		韧断, 明显缩颈
5-1-9		126.8		131.3		15.8		42.4		韧断, 明显缩颈
610-1	600°C/1小时+500°C/100小时, 磨加工表面	140.0	141.0	142.5	143.0	9.5	8.0	7.0	10.1	
610-2		140.0		143.5		4.0		5.5		
610-3		141.5		143.0		10.5		18.0		
610-4	600°C/1小时+500°C/100小时, 氧化表面	—		—		—		—		
610-5		—		—		—		—		
610-6	600°C/1小时+500°C/100小时+真空950°C/30分炉冷, 光亮金属本色			124.5	124.3	9.0	7.3	9.0	9.3	
610-7				124.5		6.5		9.5		
610-8				124.0		6.5		9.5		
610-9	600°C/1小时+真空500°C/100小时(去皮)+真空950°C/30分炉冷, 光亮金属本色			123.5	124.0	19.5	17.5	45.5	36.0	
610-10				124.5		15.5		26.5		

- 注: 1. 从4-4-7至4-4-18采用 $\phi 3$ 毫米拉伸试样, 其余皆为 $\phi 5$ 毫米拉伸试样。
2. 数据栏中打一者为未测出数据, 因为试样断在刻线处。
3. “去皮”即去除氧化层。

1. “毛坯热暴露”的拉伸试样其塑性普遍较好(参看表 2)。

2. “试样热暴露”的拉伸试样,带氧化层与去除氧化层对不同的棒材、不同的热暴露时间,其结果不完全一样(见图 8)。

由表 6 及图 8 可以看出,经 500°C 热暴露后带氧化层的 5-3 棒材塑性下降。500°C/200 小时热暴露后,其塑性下降不多(δ 基本不变,而 ψ 则由 48.5% 下降至 33.9%); 经 500°C/500 小时热暴露后则 δ 严重下降,三根拉伸试样中有两根断在刻线上,没有测出 δ 及 ψ 值,

只有一根试样测出了结果 $\delta=6.9\%$ 、 $\psi=12.5\%$ 。

500°C 长期热暴露后拉伸极限强度 σ_b 及屈服强度 $\sigma_{0.2}$ 都略有提高。500°C/500 小时热暴露后, σ_b 由 127 公斤/毫米² 上升为 130.4 公斤/毫米², $\sigma_{0.2}$ 由 123.1 公斤/毫米² 上升为 129 公斤/毫米²。

500°C/500 小时热暴露后的 5-3 棒材拉伸试样清除氧化层后,再进行室温拉伸,塑性可得到很大改善。 $\delta=14.2\%$, $\psi=37.9\%$ 。可以认为,塑性基本保持了 600°C/1 小时、空冷退火状态的水平。

为了进一步验证氧化层的作用,还选用了轧制工艺中机械性能最好的 4-4 棒材(经 500°C/100 小时热暴露后, δ 不下降)进行试验,所得结果类似于 5-3 棒材。500°C/500 小时热暴露后,未去除氧化层的拉伸试样三根中有两根断在刻线上,一根试样获得 $\delta=10.2\%$, $\psi=16.9\%$ 。而当去除氧化层后,则 $\delta=13.1\%$, $\psi=37.2\%$ 。

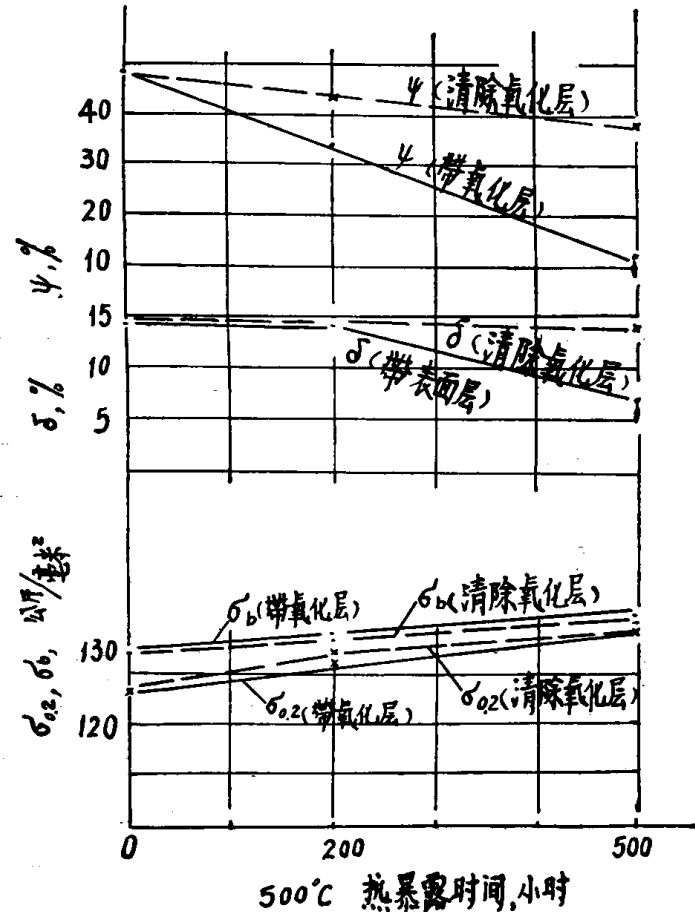


图 8 试样热暴露时间对 $\sigma_{0.2}$ 、 σ_b 、 δ 及 ψ 的影响

注: 500°C/500 小时的带氧化层试样数据为一根试样所得,另两根试样断在刻线处,其余数值为平均值。

所以, 4-4 棒材在 500°C/500 小时热暴露后同样存在热稳定性能不好的问题。

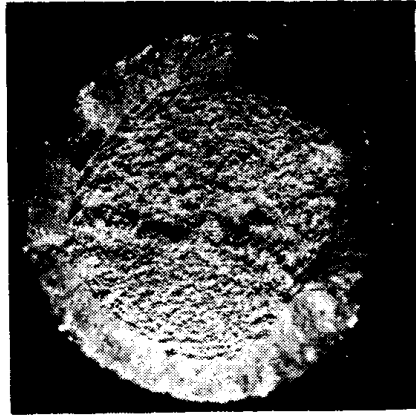
5-1 棒材经 500°C/100 小时热暴露塑性明显下降, δ 由 15.6% 下降至 10.8%, ψ 由 44.8% 下降至 13.8%。经打磨和酸洗去除氧化层后, δ 可恢复到 13.4, ψ 恢复到 37.1%。采用喷丸去除氧化层也能获得满意的结果, δ 恢复到 15.6%, ψ 恢复到 42.3%。

3. 原退火状态室温拉伸性能很差的 610 棒材, 热暴露后, 带氧化层的试样根本得不出数据, 但经真空 950°C/30 分炉冷退火后, 试样上蓝色氧化表面变成光亮的金属本色, 其性能比原来的大为改善, 甚至比退火状态的性能还好。

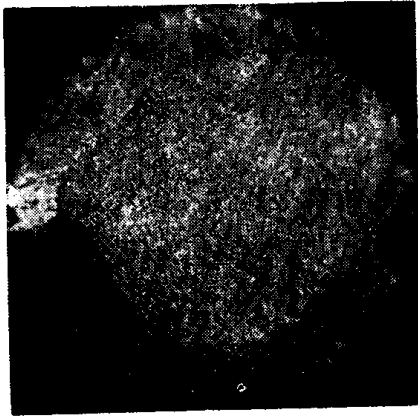
(二) 断口观察

1. 宏观断口观察

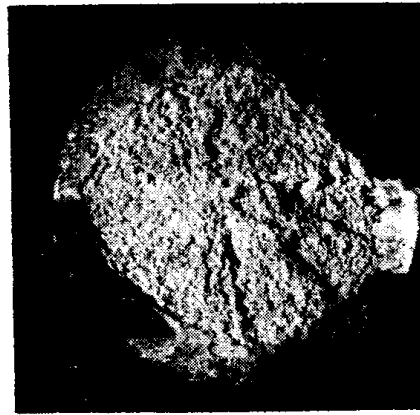
图 9、10 分别给出 5-3 和 4-4 棒材拉伸试样的宏观断口照片。



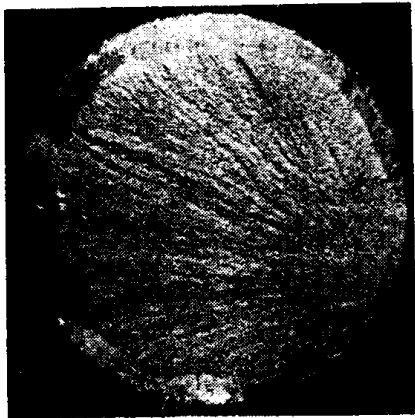
a)



b)



c)



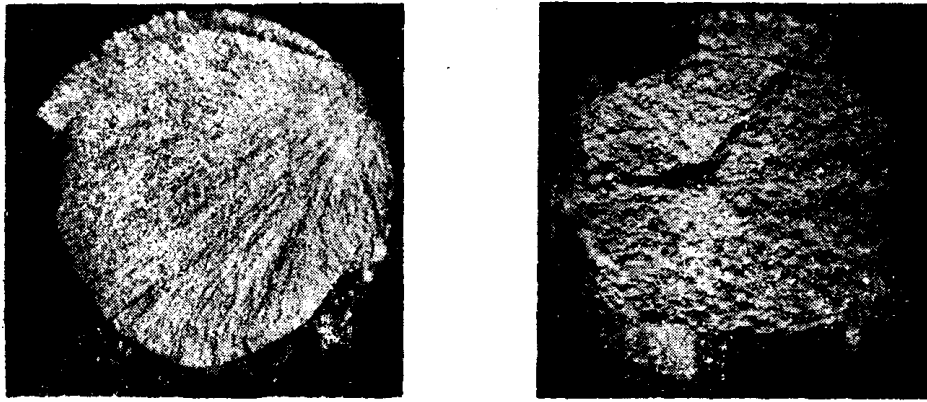
d)



e)

图9 5-3棒材拉伸试样的宏观断口

- a) 试样 5-3-12, 退火状态(600°C/1 小时)磨削表面, 韧性断口, $\delta=14.2\%$, $\psi=46.7\%$ ($\times 11$)
- b) 试样 5-3-2, 600°C/1 小时+500°C/200 小时带氧化层, 脆性断口, $\delta=14.4\%$, $\psi=36.2\%$ ($\times 11$)
- c) 试样 5-3-5, 600°C/1 小时+500°C/200 小时去除氧化层, 韧性断口, $\delta=14.7\%$, $\psi=43.7\%$ ($\times 11$)
- d) 试样 5-3-8, 600°C/1 小时+500°C/500 小时带氧化层, 脆性断口, 断在刻线处($\times 9$)
- e) 试样 5-3-11, 600°C/1 小时+500°C/500 小时去除氧化层, 韧性断口, $\delta=14.2\%$, $\psi=38.6\%$ ($\times 11$)



a) b)

图10 4-4棒材拉伸试样的宏观断口

a) 试样 4-4-2, 600°C/1 小时+500°C/500 小时带氧化层, 脆性断口, 断在刻线处。(×9)

b) 试样 4-4-6, 600°C/1 小时+500°C/500 小时去除氧化层, 韧性断口, $\delta=13.1\%$, $\psi=37.3\%$ (×11)

未经 500°C 热暴露的拉伸试样的断口呈韧性。断面为圆形, 断面凹凸不平, 呈粗颗粒状。存在由中心向外发射的纹路。断口具有杯壁或锥面。韧性越大, 则断面面积越小、越粗糙。试样都有明显的缩颈。断裂起源于断面中心部位。

经 500°C 长时间热暴露后, 带氧化层的拉伸试样的断口呈脆性。试样无明显缩颈、断口纹路由表面尖端发射成芭蕉扇形, 尖端处无杯壁。整个断面较细, 尤其尖端部分细腻且发白。500°C 暴露时间越长, 塑性越低, 脆性倾向越大, 则脆断扇形面积也越大。值得注意的是, 它的断裂起源于表面。

经过 500°C 长期热暴露后, 去掉氧化层的拉伸试样断口呈韧性, 类似于未经 500°C 热暴露的拉伸试样断口, 试样有明显的缩颈, 断裂起源于断口中心。

由宏观断口观察可以看出, 氧化层对断口的性质起很大作用。拉伸试样可因氧化层的去除而由脆性断口变为韧性断口, 塑性相应得到提高。

另外, 不同的基体组织对其氧化层污染的反应也不一样。在 500°C/100 小时热暴露后, 5-1 棒材形成脆断; 而 4-4, 5-3 棒材则不是脆断。再延长热暴露时间至 500 小时, 则均为脆断。

2. 电子显微镜断口观察

采用醋酸纤维二级碳膜复型进行断口观察, 凡宏观断口呈韧性断裂, 在电子显微镜下看到皆为鱼鳞状断口; 而宏观断口呈脆性断裂, 则表现为以准解理为主的断口图象, 其中夹有鱼鳞状断裂区域, 并依据断面区域的不同, 鱼鳞状比例不同, 甚至完全无鱼鳞状出现。因而, 宏观脆性断口在微观上成为以脆性为主的混合断口。

与前述宏观断口相对照, 我们观察了 5-3-12、5-3-8 和 5-3-11 各试样的电子显微镜断口图象。5-3-12 为 600°C/1 小时退火状态, 机械加工成拉伸试样, 其宏观断口为韧性 (图 9a), 而微观断口为鱼鳞状 (图 11)。

在 500°C 热暴露 500 小时的拉伸试样 5-3-8, 其室温拉伸后呈宏观脆断 (图 9d), 而微观断口则为准解理与鱼鳞状混合断口。其断面各区域是不相同的。现将断面分为源区、内区、外区和杯壁 (锥面) 四个区域 (图 12a) 进行观察。源区为纯准解理区域, 未发现鱼鳞状存在 (图 12b)。内区绝大部分为准解理, 仅个别地方出现少数不规则的鱼鳞状 (图 12c)。在外区

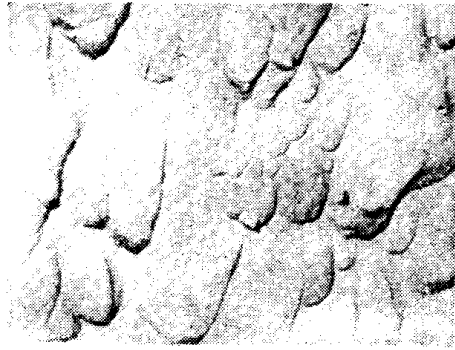
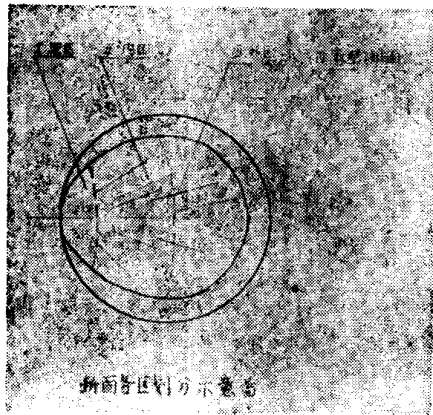
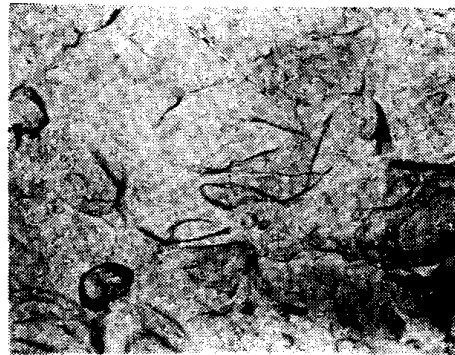


图11 5-3-12 试样, 经 600°C/1 小时退火, 拉伸试样断口
电子显微镜照片鱼鳞状断口。(×5000)



a)



b)



c)



d)



e)

图12 5-3-8 试样经 600°C/1 小时+500°C/500 小时暴露后, 拉伸试样断口各区的电子
显微镜照片(试样带氧化层)(×5000)

a) 断面各区划分示意图; b) 源区, 准解理断口; c) 内区, 绝大部分为准解理断口, 个别存有分散的不规则鱼鳞状断口; d) 外区, 以鱼鳞状断口为主, 间有少量准解理断口; e) 杯壁(锥面)鱼鳞状断口