

# 热等静压工艺参量对 ZTC4 钛合金组织的影响规律

Effects of HIP Treatment Parameters on Microstructure of ZTC4 Casting Titanium Alloy

杨伟光<sup>1</sup>, 赵嘉琪<sup>2</sup>, 南海<sup>2</sup>, 吴国清<sup>1</sup>

(1 北京航空航天大学 材料科学与工程学院, 北京 100191;

2 北京航空材料研究院, 北京 100095)

YANG Wei-guang<sup>1</sup>, ZHAO Jia-qi<sup>2</sup>, NAN Hai<sup>2</sup>, WU Guo-qing<sup>1</sup>

(1 School of Materials Science and Engineering, Beihang

University, Beijing 100191, China; 2 Beijing Institute of

Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

**摘要:** 通过定量金相方法系统研究了热等静压温度、时间、压力等工艺参量对 ZTC4 钛合金显微组织的影响规律。结果表明: 相对于 ZTC4 钛合金原始铸态组织, 经过热等静压处理后试样的  $\beta$  晶粒尺寸和  $\alpha$  片层厚度均明显长大。随着热等静压温度的升高和保温时间的延长,  $\beta$  晶粒尺寸和  $\alpha$  片层厚度分别增长了 40~70  $\mu\text{m}$  和 0.6~1  $\mu\text{m}$ , 并且增长趋势呈近线性; 而随着热等静压压力的增加,  $\beta$  晶粒尺寸和  $\alpha$  片层厚度则呈现出先增加后减小的规律。相对原始铸态组织, 热等静压处理后 ZTC4 钛合金组织  $\beta$  晶粒尺寸和  $\alpha$  片层厚度分别增长 12%~25% 和 57%~100%。

**关键词:** 热等静压; 钛合金; 显微组织; 定量金相

**中图分类号:** TG146.2<sup>+</sup>3 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2011)09-0025-04

**Abstract:** Quantitative metallography technique was used to investigate the effects of hot isostatic pressing(HIP) treatment parameters on microstructure of ZTC4 casting titanium alloy. The results show that the  $\beta$  grain size and  $\alpha$  lamella thickness of ZTC4 increase obviously after HIP treatment relative to as-cast microstructure of ZTC4 alloy. With the increase of temperature and holding time of HIP treatment,  $\beta$  grain size and  $\alpha$  lamella thickness increase in a near linear manner with a range of 40~70  $\mu\text{m}$  and 0.6~1  $\mu\text{m}$  respectively. However, with the increase of pressure of HIP treatment, the change of  $\beta$  grain size and  $\alpha$  lamella thickness occurs from increase to decrease. Compared with as-cast microstructure, the growth rates of  $\beta$  grain size and  $\alpha$  lamella thickness of ZTC4 titanium alloys after HIP treatment are 12%-25% and 57%-100% respectively.

**Key words:** hot isostatic pressing; titanium alloy; microstructure; quantitative metallography

ZTC4 铸造钛合金密度低, 热处理工艺简单, 在保持较高强度水平下具有韧性好、疲劳强度高、耐腐蚀性好以及与复合材料有良好相容性等优良的综合性能, 在航空、航天、航海以及化工等领域得到广泛应用, 更是飞机中大型薄壁复杂非对称精密铸件的首选材料之一<sup>[1-4]</sup>。由于钛合金铸件容易产生缩松、气孔等缺陷, 为了消除这些缺陷, 通常采用热等静压(Hot Isostatic Pressing, HIP)处理技术, 在高温高压下, 使铸件内部的气孔、缩松被压实闭合, 并扩散结合成致密的组织, 使铸件的缺陷得到修复, 性能得到改善<sup>[5-8]</sup>。航空材料手册中给出的 ZTC4 铸造钛合金热等静压工艺如下: 保护气体为氩气, 加热温度

(920 $\pm$ 10) $^{\circ}\text{C}$ , 压力 100~140MPa, 保持时间 2~2.5h, 随炉冷至 300 $^{\circ}\text{C}$  以下出炉<sup>[7]</sup>。该工艺较为宽泛, 生产者在应用时难以针对不同铸件进行微调。事实上, 热等静压处理工艺在修复钛合金铸件内部缺陷的同时, 会不同程度地造成显微组织粗大化<sup>[6]</sup>, 这在一定程度上抵消了热等静压对铸件性能的积极影响。然而, 有关热等静压工艺参量如热等静压温度、时间、压力对 ZTC4 钛合金显微组织影响的定量分析较少。因此, 本工作通过定量金相方法探索热等静压工艺参数温度、时间、压力对  $\beta$  晶粒尺寸和  $\alpha$  片层厚度的影响规律, 为精确控制热等静压工艺进一步提高铸件综合性能提供理论依据。

1 实验材料和方法

采用北京航空材料研究院提供的离心铸造 ZTC4 钛合金板为研究材料,铸板规格为 300mm×110mm×6mm,其化学成分达到了《GB15073—1994—T 铸造钛及钛合金牌号和化学成分》的要求,具体成分如表 1 所示。

表 1 铸造 ZTC4 合金元素含量(质量分数/%)

Table 1 Chemical compositions of ZTC4 alloy(mass fraction/%)

Ti	Al	V	Fe	Si	C	N	H	O
Bal	6.40	3.98	0.06	0.02	0.014	0.006	0.002	0.17

采用 QIH-16 型热等静压设备进行热等静压实验,在 900~940℃,110~140MPa,1~3h 范围内研究了热等静压温度、时间、压力 3 个工艺参数对 ZTC4 钛合金组织的影响。设备升温速率为 10℃/min,升压速率为 1MPa/s。ZTC4 铸板按表 2 规定热等静压后随炉冷却至 300℃以下出炉,传压介质为氩气。

表 2 热等静压实验方案设计

Table 2 Experiment scheme of HIP treatment

Temperature/℃	Time/h	Pressure/MPa	Remark
900	2	125	Effects of temperature
920	2	125	
940	2	125	
920	1	125	Effects of time
920	2	125	
920	3	125	
920	2	110	Effects of pressure
920	2	125	
920	2	140	

采用组分为 1mL HF+3mL HNO<sub>3</sub>+96mL H<sub>2</sub>O 的 Kroll 浸蚀剂对试样进行处理,在 BX51M 金相显微镜上对热等静压前后试样进行金相观察。

采用截距法(图 1(a))测量 ZTC4 钛合金组织的 β 晶粒尺寸。在金相照片上产生 5 条随机取向的直线与晶界相截,通过测量截线的平均长度来反映 β 晶粒的尺寸。ZTC4 钛合金组织 α 片层厚度的测量方法如图 1(b)所示。在 ZTC4 高倍金相照片上沿片层的垂直方向画一条直线,然后测量所有与直线相交的片层间距,求其平均值。

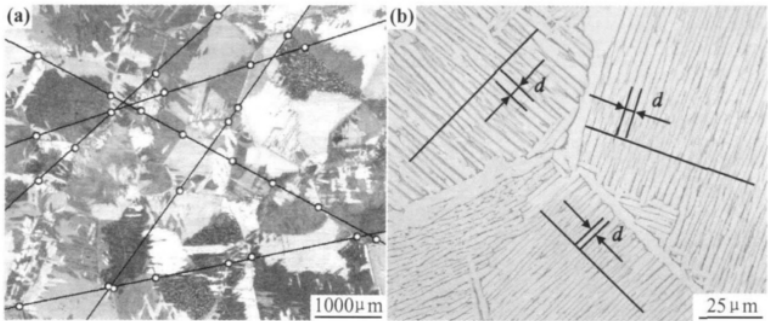


图 1 ZTC4 钛合金组织特征参数测量方法示意图  
(a)β 晶粒尺寸 D;(b) α 片层厚度 d

Fig. 1 Measurement of microstructural features in ZTC4 alloys  
(a) β grain size D;(b) α lamella thickness d

2 结果与分析

图 2 给出了热等静压前后 ZTC4 铸造钛合金的显微组织照片。可以看出,经过热等静压后,β 晶粒尺寸和 α 片层厚度均有一定程度的长大。未经热等静压处理的 ZTC4 铸造钛合金的 β 晶粒尺寸 D 在 954μm 左右(图 2(a)),α 片层厚度 d 在 1.65μm 左右(图 2(c))。而经过热等静压(920℃/125MPa/2h)后,晶粒尺寸和片层间距均有所长大,β 晶粒尺寸 D 达到 1183μm 左右(图 2(b)),α 片层厚度 d 达到了 3.04μm(图 2(d)),晶粒尺寸和片层间距分别长大了 24%和 84%。根据

Hall-Petch 公式,D 和 d 的增加会导致材料抗拉强度下降,伸长率降低<sup>[9]</sup>。热等静压在消除了缩松缩孔的同时,所带来的组织粗化的“副作用”也不容忽视。因此在选择热等静压工艺参数时要综合考虑以尽量消除铸造缩松和气孔,同时保证组织不至于过分长大为宜。

ZTC4 钛合金的 α+β→β 转变温度为 975~1005℃,而一般 ZTC4 铸件的热等静压处理温度选择在 900~940℃ 之间<sup>[7]</sup>,很接近 ZTC4 的相变温度,在这个温度下对铸件进行热等静压处理显微组织很容易长大<sup>[9]</sup>。图 3 给出了热等静压温度与 ZTC4 铸态组织特征参数关系曲线,可以看出,随着热等静压温度的升

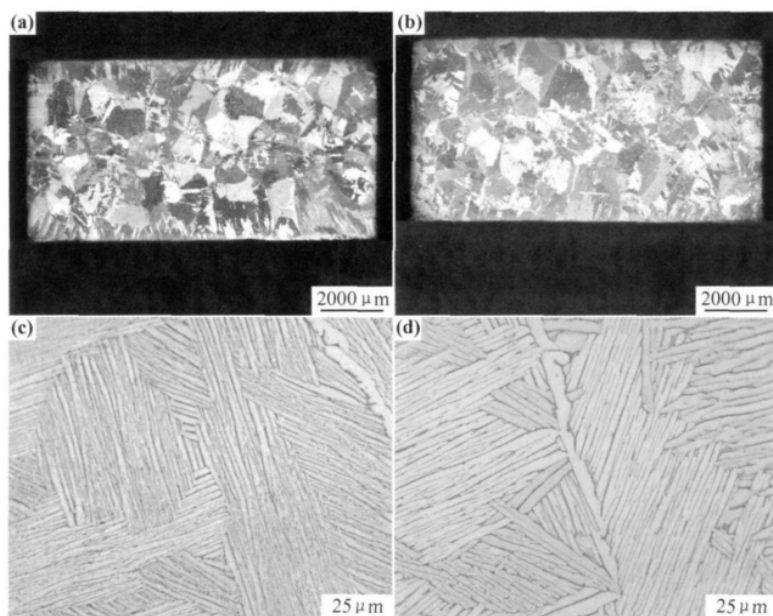


图2 ZTC4 铸态组织和热等静压后组织金相照片

(a) 热等静压前晶粒组织; (b) 热等静压(920°C/125MPa/2h)后晶粒组织;

(c) 热等静压前片层组织; (d) 热等静压(920°C/125MPa/2h)后片层组织

Fig. 2 Microstructure of as-cast and after HIP treatment (920°C/125MPa/2h) ZTC4 alloys

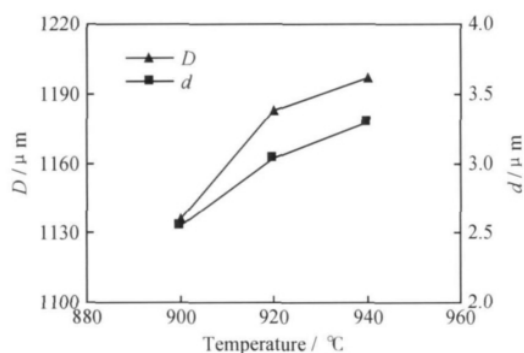
(a) as cast  $\beta$  grains; (b)  $\beta$  grains after HIP treatment; (c) as cast  $\alpha$  lamella; (d)  $\alpha$  lamella after HIP treatment

图3 热等静压温度对 ZTC4 钛合金铸态组织参数的影响

Fig. 3 Effects of HIP temperature on the microstructure of ZTC4 alloy

高,晶粒尺寸和片层间距呈近线性增长的趋势。在研究的温度范围内晶粒尺寸的变化幅度在  $70\mu\text{m}$  左右,片层间距的变化范围在  $1\mu\text{m}$  左右。相对未进行热等静压的试样,晶粒尺寸和片层间距分别长大了 25% 和 100%。

图4 为热等静压时间与 ZTC4 铸态组织特征参数的关系曲线。与热等静压温度对组织的影响规律相似,随着热等静压时间的延长, $\beta$  晶粒尺寸和  $\alpha$  片层厚度也呈现出近线性的增长趋势。通过图3 和图4 对比可以发现,温度的变化对于组织的影响要比时间对组织的影响更强烈,40°C 的实验温度范围内  $\beta$  晶粒尺寸

$D$  变化范围为  $70\mu\text{m}$  左右,而 2h 的保温时间范围内  $\beta$  晶粒尺寸  $D$  变化了  $40\mu\text{m}$  左右。

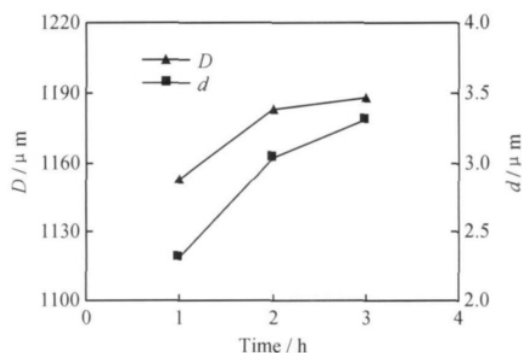


图4 热等静压时间对 ZTC4 钛合金铸态组织参数的影响

Fig. 4 Effects of HIP holding time on the microstructure of ZTC4 alloy

然而,与温度和时间对  $\beta$  晶粒尺寸和  $\alpha$  片层厚度的影响规律不同,随着热等静压压力的升高, $\beta$  晶粒尺寸和  $\alpha$  片层厚度均呈现出先增加后减小的现象,如图5 所示。温度和时间能够促进组织的长大,而压力会抑制组织生长<sup>[10]</sup>。在压力不大于 125MPa 时,组织在温度、时间以及压力三个影响因素下,保持较快的生长速率,但是当压力超过了 125MPa 后,压力的抑制作用增强,组织的生长变得缓慢,因此经过 140MPa 热等静

压后的组织要小于 125MPa 热等静压的组织。虽然 140MPa 下的组织生长较为缓慢,但是相对于未进行热等静压的 ZTC4 铸板来说,组织还是粗化了, $\beta$  晶粒尺寸  $D$  和  $\alpha$  片层厚度  $d$  分别长大了 12% 和 57%。

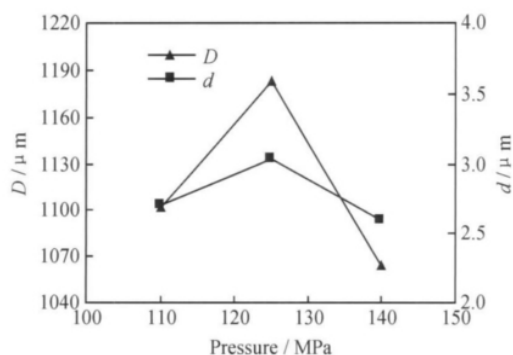


图 5 热等静压压力对 ZTC4 钛合金铸态组织参数的影响

Fig. 5 Effects of HIP pressure on the microstructure of ZTC4 alloy

### 3 结论

(1) 经过热等静压后, ZTC4 铸板的  $\beta$  晶粒尺寸和  $\alpha$  片层厚度明显长大, 增长幅度分别为 12%~25% 和 57%~100%。

(2)  $\beta$  晶粒尺寸和  $\alpha$  片层厚度随着热等静压温度的提高和时间的延长呈近线性的增长趋势; 而随着热等静压压力的提高,  $\beta$  晶粒尺寸和  $\alpha$  片层厚度呈现出先增加后减小的规律。

#### 参考文献

- [1] CHRISTOPH LEYENS, MANFRED PERERS. Titanium and Titanium Alloys: Fundamentals and Applications[M]. WILEY-VCH: Verlag GmbH & Co., 2003. 8-12.
- [2] 张喜燕, 赵永庆, 白晨光. 钛合金及其应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005. 68-69.

- [3] LUTIERING G. Influence of processing on microstructure and mechanical properties of ( $\alpha$ + $\beta$ ) titanium alloys[J]. Materials Science and Engineering, 1998, 243(1): 32-45.
- [4] XIAO Shu-long, CHEN Yu-yong, ZHU Hong-yan, et al. Recent advances on precision casting of large thin wall complex castings of titanium alloys[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2006, 35(5): 678-681.
- [5] SAMAROV, SELIVERSTOV. HIP modeling of complex shape parts: experience, trends and perspectives[A]. Powder Metallurgy World Congress (PM'94)[C]. Paris: European Powder Metallurgy Association, 1994. 771-774.
- [6] HEBESUEN J C. HIP casting densification[A]. Pressure Vessels and Piping (PVP) Conference[C]. New York: ASME, 1999. 125-138.
- [7] 中国航空材料手册编辑委员会. 中国航空材料手册第 4 卷: 钛合金 铜合金[M]. 北京: 中国标准出版社, 2001. 193-202.
- [8] ULRIKE HABEL, BRIAN J MCTIERNAN. HIP temperature and properties of a gas-atomized  $\gamma$ -titanium aluminide alloy[J]. Intermetallics, 2004, 12(1): 63-68.
- [9] JOVANOVIĆ M T, TADIĆ S, ZEC S. The effect of annealing temperatures and cooling rates on microstructure and mechanical properties of investment cast Ti-6Al-4V alloy[J]. Materials and Design, 2006, 27(3): 192-199.
- [10] GENTZBITTEL J M, CHU I, BURLET H. The effect of hot isostatic pressing parameters on microstructure and mechanical properties of Eurofer powder HIPed material[J]. Journal of Nuclear Materials, 2002, 307-311: 540-543.

基金项目: 北京市科技新星计划(2007B016); 教育部长江学者和创新团队发展计划(IRT0805)

收稿日期: 2010-09-01; 修订日期: 2011-03-15

作者简介: 杨伟光(1985—), 男, 硕士研究生, 现从事钛合金组织与性能研究工作, 联系地址: 北京航空航天大学材料科学与工程学院(100191), E-mail: yangweiguang\_234@163.com

通讯作者: 吴国清, 男, 副教授, 联系地址: 北京市海淀区学院路 37 号北京航空航天大学材料科学与工程学院(100191), E-mail: guoqingwu@buaa.edu.cn

\*\*\*\*\*

(上接第 13 页)

- [5] VAN ROOSMALEN A J, ZHANG G Q. Reliability challenges in the nanoelectronics era[J]. Microelectronics Reliability, 2006, 46(9): 1403-1414.
- [6] CHO MAENGHYO, KIM JUN-SIK. A postprocess method for laminated shells with a doubly curved nine-noded finite element[J]. Composites, Part B, 2000, 31: 65-74.
- [7] OZKUL T A, KARA N, KUMBASAR N. The transition from moderately thick shells to thick shells of general shape by using finite element analysis[J]. Finite Elements in Analysis and Design, 2007, 43: 247-260.
- [8] KUMBASAR N, AKSU T. A finite element formulation for free vibration analysis of shells of general shape[J]. Computers & Structures, 1995, 54(1): 49-57.

- [9] CHAKRAVORTY DIPANKAR, BANDYOPADHYAY J N, SINHA P K. Finite element free vibration analysis of conoidal shells[J]. Computers & Structures, 1995, 56(6): 975-978.
- [10] KIM K D. Buckling behaviour of composite panels using the finite element method[J]. Composite Structures, 1996, 36: 33-43.

基金项目: 科技部 863 项目(2009AA04Z418); 高等学校学科创新引智计划项目(B07050)

收稿日期: 2010-11-16; 修订日期: 2011-07-18

作者简介: 谁盛军(1984—), 男, 硕士生, 主要从事复合材料力学性能分析, 联系地址: 西安市西北工业大学长安校区力学与土木建筑学院 883 信箱(710129), E-mail: qiaoshengjun123@163.com