

电子束冷床(EB)炉熔炼 TC4 合金组织与性能研究

唐增辉¹, 辛社伟², 洪 权², 毛小南², 张志斌¹,
周 伟², 李 倩², 杜 彬¹, 周 武¹

(1. 青海聚能钛业股份有限公司, 青海 西宁 810007)

(2. 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)



唐增辉

摘要: 在前期大量试验基础上, 应用电子束冷床(EB)炉一次制备工业化 TC4 合金扁锭, 通过多点取样进行合金扁锭的成分分析, 表明所制备的合金铸锭满足国家标准对 TC4 合金成分均匀性的要求, 证明国内已经完全掌握 TC4 合金 EB 炉熔炼过程中的元素挥发和控制技术, 可以一次熔炼制备 TC4 合金。应用该铸锭, 进行不同变形方式、变形量的加工试验, 并对加工的样品进行典型热处理, 结果表明在加工的初期和中期, 不同变形方式和变形量对本实验 EB 炉制备的 TC4 合金扁锭组织影响显著, 但不同组织状态下合金力学性能差别不大。随着变形的继续深入, 组织差异性逐渐减小, 但性能差异性增大。这种不同于常规用电弧炉制备 TC4 钛合金的规律, 可能与 EB 炉熔炼方法所特有的性质有关, 需要进一步研究。

关键词: 电子束冷床炉; TC4 合金; 加工; 显微组织; 力学性能

中图分类号: TG146.23; TF134 **文献标识码:** A **文章编号:** 1674-3962(2018)03-0204-06

Investigation of Microstructure and Properties of TC4 Alloy Using Electron Beam Cold Hearth Melting

TANG Zenghui¹, XIN Shewei², HONG Quan², MAO Xiaonan², ZHANG Zhibin¹,
ZHOU Wei², LI Qian², DU Bin¹, ZHOU Wu¹

(1. Qinghai Supower Titanium Co., Ltd., Xining 810007, China)

(2. Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, China)

Abstract: On the basis of earlier test results, TC4 industrial ingot was prepared using electron beam cold hearth single melting. The multiple-point element analysis showed the composition uniformity of TC4 alloy met the demand of national standard, indicating that the domestic technology of controlling TC4 element volatilization and alloying during EB melting process had become mature, which enables us to possibly fabricate TC4 alloy via one-step. Using this TC4 ingot, the experiments of various working modes and deformation amounts were carried out. The results indicated that the deformation mode and deformation amount produced obvious effect on the TC4 ingot's microstructure, but little effect on properties, and properties with different microstructure showed little difference during processing primary stages and mid stages. As the processing continued, the microstructure difference of the samples decreased but the property difference increased. This tendency is different from the conventional TC4 alloy using consumable electrode vacuum furnace, which may result from its melting method. Further research should be widely carried out.

Key words: electron beam cold hearth melting; TC4 alloy; hot working; microstructure; mechanical properties

1 前言

先进的飞机设计对航空发动机的寿命及可靠性提出了越来越高的要求。成分均匀且无夹杂的高品质钛合金铸锭是制备航空发动机用关键钛合金部件首先要解决的问题。长期的研究及应用结果表明, 真空自耗电弧多次熔炼不能彻底去除夹杂并保证成分均匀性, 在合金制备

收稿日期: 2016-12-07

基金项目: 国家强基工程项目(TC150B5C0-2); 青海省重点企业技术创新项目(2015-JC-H05)

第一作者: 唐增辉, 男, 1968年生, 工程师

通讯作者: 辛社伟, 男, 1978年生, 教授级高工, Email:
nwpu_xsw@126.com

DOI: 10.7502/j.issn.1674-3962.2018.03.07

过程中容易出现夹杂、偏析等冶金缺陷。因此,打破传统钛合金的熔炼制备方法,制备高品质铸锭是目前航空发动机用钛合金需要解决的首要问题。为保证航空发动机用钛合金铸锭的冶金质量,国外优先选用冷床炉熔炼+真空自耗电弧重熔的工艺^[1]。我国虽然在冷床熔炼装备方面引进了多台电子束冷床熔炼炉(EB炉),但目前主要用于残钛的回收和纯钛的熔炼。在冷床炉熔炼过程中,如何控制不同合金元素的挥发从而保障最终合金成分的精确性一直是制约冷床炉制备复杂钛合金铸锭的关键。近年来,由于EB熔炼炉的普及,越来越多的技术人员关注冷床炉制备钛合金,特别是应用最为广泛的TC4合金。国内外相关科研人员应用各种方法研究熔炼过程中Al元素的挥发和精确控制^[2-5],但目前的研究仅局限于EB炉熔炼TC4合金铸锭成分均匀性的研究,没有关于冷床炉制备TC4合金后续加工的报道。实践证明,由于冷床炉熔炼的先进性,其制备的铸锭在后期的加工中必然展示不同的属性,研究结果将进一步揭示冷床炉熔炼的优势并为制定相关冷床炉加工产品的标准提供重要的数据参考。

2 实验材料和方法

本文的TC4合金铸锭是在青海聚能钛业股份有限公司的BMO-1EB炉上进行熔炼,设备的结晶器横截面尺寸为1350 mm × 255 mm,铸锭最大长度可达4000 mm。在前期大量试验的基础上,充分考虑Al元素烧损与工艺

参数关系,选择合适配比的Al-58V中间合金、铝豆和一级海绵钛为原料,压制电极,一次熔炼制备合金铸锭。为了实现铸锭的锻拔处理,制备的TC4合金扁锭尺寸如图1所示,其中箭头方向为结晶方向。先对该铸锭不同结晶面进行多点取样,分析主元素Al和V的成分稳定性情况。然后将该TC4扁锭按照图1所示分为3份,分别命名为#1、#2和#3。其中#1样品用作直接拔长试验,#2样品进行锻拔试验,#3样品用来进行板材制备,3种样品的拔长和轧制方向都和图1箭头所示的结晶方向一致。不同样品具体形变工艺和阶段取样方法如表1所示。3种样品按照表1所示方法在不同锻造阶段取样后,力学性能和组织分析分别选择锻态(R态),退火态(M态)和固溶+时效态(STA),退火和固溶+时效的具体工艺为:750 °C/2 h + AC(M); 900 °C/1.5 h + WQ + 550 °C/6 h + AC(STA)。通过以上测试和分析,研究不同变形量和不同变形方式对EB炉一次熔炼TC4合金组织和力学性能的影响。

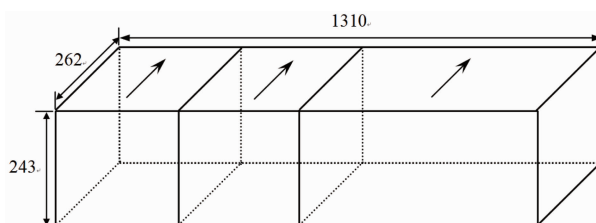


图1 EB炉一次熔炼制备的扁锭尺寸及样品切割方法
Fig. 1 The size of EB TC4 ingot and cut mark method

表1 #1、#2和#3样品变形方式和取样阶段方法

Table 1 Processing parameters and sampling methods for #1, #2 and #3 samples

Size (mm)	Stage I (mid-processing state)	Stage II (final-processing state)	Note
243 × 325 × 262	Drawing out for two heating; drawing out at 1150 °C from blank to □150 mm × L, then drawing out at 950 °C from □150 mm × L to □80 mm × L, total deformation of 90%, sampling.	Drawing out at 950 °C from □80 mm to □45 mm, then rolling at 900 °C from □45 mm to Φ11 mm, sampling.	Single drawing out
	Working for four heating; upsetting and drawing at 1150 °C for three times; then upsetting and drawing at 1050 °C for two times; then upsetting and drawing at 1050 °C for two times; then upsetting and drawing at 950 °C to □80 mm × L, total deformation of 480%, sampling.		Upsetting and drawing
243 × 650 × 262	Working at 1150 °C from blank to δ70 mm, then rolling at 950 °C from δ70 mm to δ15 mm, sampling.	Rolling at 930 °C from δ15 mm to δ6 mm, sampling.	Rolling plate

3 实验结果和分析

3.1 铸锭化学成分均匀性分析

由于Al元素的熔点低,和Ti, V元素熔点差别大,EB炉生产TC4合金主要难点在于Al元素在熔炼过程中挥发损失和控制问题,其与Al元素的加入方式、熔炼工

艺参数控制和电子枪的排布、稳定性直接相关。要想获得成分精确均匀的TC4合金铸锭,前期需要大量的试验。本文TC4扁锭熔炼正是在前期大量试验的基础上进行的,通过前期的多次熔炼试验,获得了Al元素的烧损率与工艺参数之间的对应关系,在此关系的指导下进行合金的配比和熔炼,对所制备的扁锭进行如图2所示取样,其中A面为最开始结晶的底面,B面为最后结晶面,S面

和 X 面为扁锭的两个侧面，分别对 A 面和 B 进行 5 点取样，对 S 面和 X 面进行 9 点取样，不同面 Al, V 元素的分析结果如图 3 所示，可以看到，无论是 Al 元素，还是 V 元素，都距目标值有一定的波动，并且这种波动在不同面不同位置总体没有什么规律，相对而言，V 元素的波动较 Al 元素小，这是因为 V 元素的加入都是以中间合金形式加入，且其和 Ti 元素熔点差别小，所以在 EB 炉熔炼过程中，V 元素成分的控制技术难度不大。图 3 显示除 X 面位置“2”处 Al 元素较目标值(6 wt%)有较大差别外，其余点 Al 元素含量波动范围不大，整体 Al 元素含量波动符合国家对 TC4 合金的成分要求。证明从技术角度考虑，国内已经掌握了 EB 炉熔炼工艺参数对 TC4 合金 Al, V 元素成分均匀性的影响规律，可以通过一次熔炼制备出满足国家标准要求的合格工业化 TC4 扁锭。

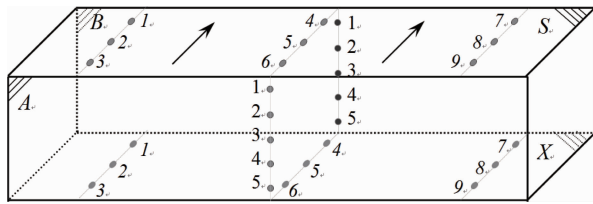


图 2 铸锭取样位置
Fig. 2 Sampling points

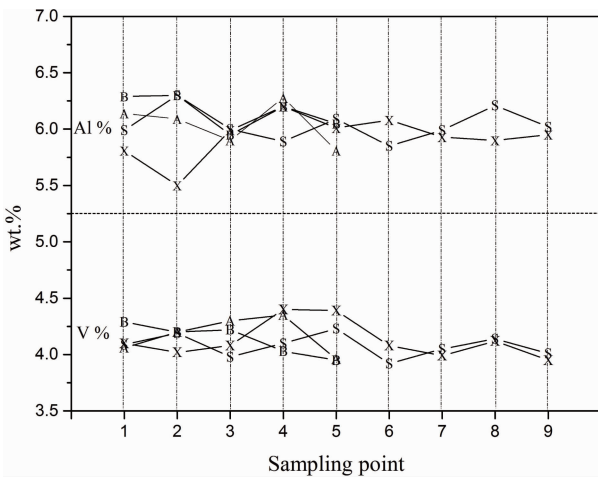


图 3 EB 炉一次制备 TC4 合金扁锭不同部位元素分析
Fig. 3 Elementary analysis of EB TC4 alloy at different points

3.2 合金中间态组织与性能

表 2 显示#1、#2、#3 样品在中间态(表 1 中所述)的力学性能。从表 2 力学性能来看，对于轧制态(R)和退火态(M)，用 EB 炉制备的 TC4 合金对形变工艺并不敏感，无论是直拔试验、锻拔试验还是轧板试验，合金最终力学性能相差不大。而对于 STA 状态，锻拔状态的强度明显优于直拔状态，同时延伸率没有变化。相对于直

拔和锻拔状态，轧板状态下合金延伸率和强度同时降低。

图 4 为 3 种样品中间态的显微组织。可以看到，合金直拔后为片层组织(图 4a)，部分位置为一致排列的 α 片层，部分位置为编织的网篮 α 片层， α 片层较细，退火和固溶 + 时效处理后组织状态几乎没有变化。实际#1 样品第二火是在双态区锻造(950 $^{\circ}\text{C}$ ，表 1 所示)，但由于变形成小，没有破碎 α 片层，形成这种具有编织状 α 片层与一致排列 α 片层的混合组织状态。但相对于传统圆柱铸锭同样形变状态下，EB 炉熔炼的 TC4 合金的 α 片层尺寸明显较小，这体现了 EB 炉一次制备 TC4 合金铸锭的优势，具有细化 α 片层的作用。#2 样品由于进行了锻拔处理，原始铸锭的 α 片层得到明显碎化，形成了传统意义上的双态组织(图 4 d)，退火和固溶 + 时效处理传承了锻态的组织形态(图 4e, 4f)，只是由于变形成还不够充分，部分初生 α 显示短棒状。从上述力学性能分析可知，经过充分变形的双态组织和直拔后片层组织在 R 态和 M 态的力学性能相似，这可能是由于#1 状态 α 片层较细，形成的是一种编织和一致排列的混合组织，这也是 EB 炉制备铸锭优势的体现。而固溶 + 时效后#2 样品强度优于#1 是由于双态组织更有利于合金的时效析出强化，最终形成的是一种混合组织，对应最好的强塑性匹配。图 4g ~ 4i 显示#3 样品直接轧制成的 $\delta 15$ mm 板材的组织，由于轧板前为 EB 炉的铸态组织，轧制后原始凝固组织的 β 晶界仍然存在，并沿轧制方向被拉长，在原始 β 晶界内呈现集束排列的 α 片层，整个组织和#1、#2 的锻态组织差别显著。从传统的对组织均匀性要求来看，该组织为不均匀组织，其原始 β 晶界没有得到破碎，完整存在，并且晶界区域的组织和晶内差别显著，将影响合金的超声波探伤力学性能。然而从力学性能结果来看(表 2)，这种组织状态并不影响合金在锻态和退火态性能，只是影响合金 STA 状态的性能。

表 2 中间态样品的性能
Table 2 The properties of mid-processing samples

No.	Condition	Properties			
		R_m /MPa	$R_{p0.2}$ /MPa	A /%	Z /%
#1		907	840	13.0	42
#2	R	906	842	13.0	49
#3		899	786	13.0	34
#1		875	720	15.0	45
#2	M	880	770	15.5	51
#3		870	770	12.0	34
#1		1016	901	11.5	36
#2	STA	1050	955	11.5	50
#3		1002	887	7.5	24

从以上分析来看，对 EB 炉制备的 TC4 合金铸锭，当要求交货状态是锻态和退火态时，合金性能对形变工艺和组织状态并不敏感，无论样品是经过简单的直拔获

得片层组织、锻造获得双态组织还是直接轧制获得原始晶界尚未破碎的粗大组织，合金强度和塑性差别不大，都具有良好的室温性能。

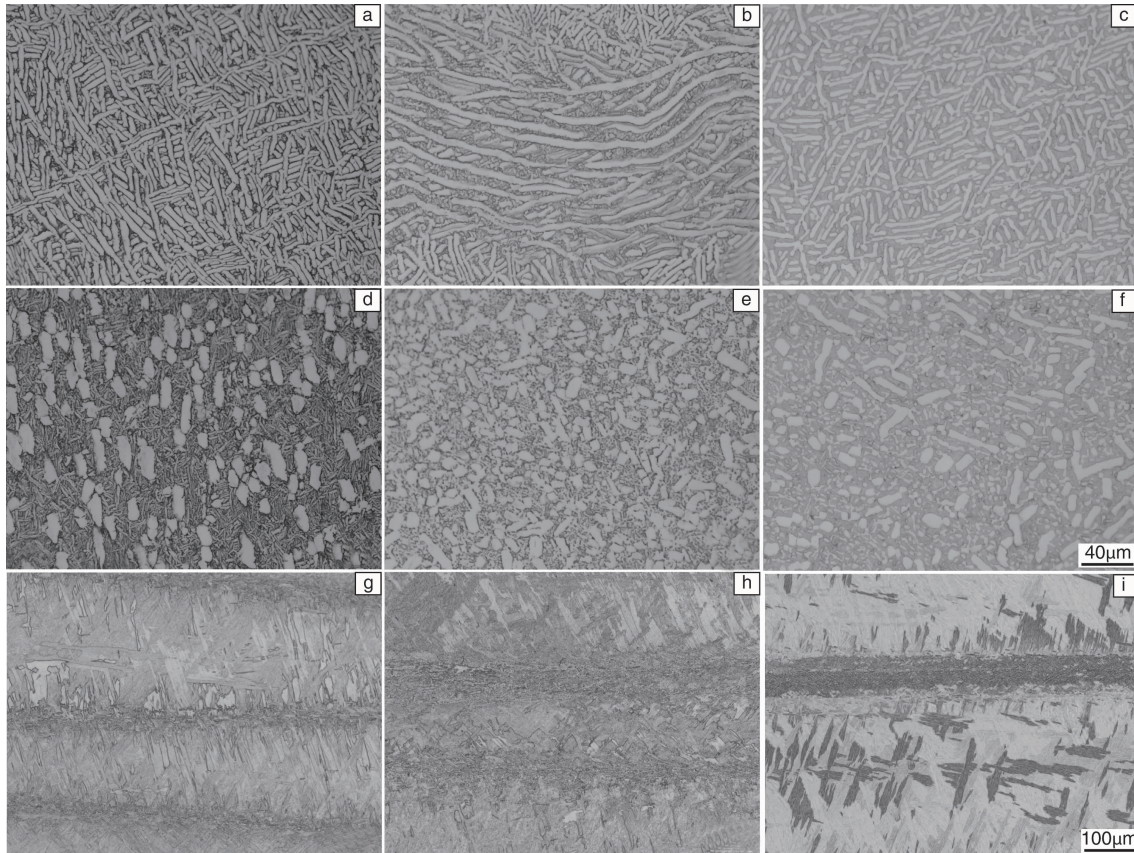


图4 合金中间态不同处理状态下的显微组织：(a) #1 R, (b) #1 M, (c) #1 STA；(d) #2 R, (e) #2 M, (f) #2 STA；(g) #3 R, (h) #3 M, (i) #3 STA

Fig. 4 The microstructures of mid-working processing after different treatments: (a) #1 R, (b) #1 M, (c) #1 STA; (d) #2 R, (e) #2 M, (f) #2 STA; (g) #3 R, (h) #3 M, (i) #3 STA

3.3 合金终态组织与性能

对#1、#2和#3样品继续加工，轧制成Φ11 mm的小棒和δ5 mm的薄板，不同热处理状态下的力学性能如表3所示。可以看到，对于R态和M态，#2样品强度明显优于#1样品，延伸率相差不大。#3样品强度和#2相差不大，但延伸率降低。这和前文中间态样品的力学性能趋势明显不同。对于STA态，#2样品在延伸率相似的情况下强度仍然优于#1，但#3样品强度和延伸率都明显降低。图5是#1、#2、#3样品终态不同热处理条件下显微组织。可以看到，当样品被轧制成Φ11 mm的小棒时，#1和#2样品在R、M和STA状态下组织几乎完全相同，都呈细小的等轴组织。#3样品由于进行了较大的轧制变形，也呈现一种细小、扭曲的片层组织结构。总体来说，相对于中间态的组织 and 力学性能，随着变形量的增大，3种样品显微组织差异减小，但力学性能的差异却在增大。

表3 合金终态样品性能

Table 3 The properties of final-processing samples

No.	Condition	Properties			
		Rm/ MPa	Rp _{0.2} /MPa	A /%	Z /%
#1	R	1004	894	14.5	50
#2		1035	929	16.0	53
#3		1027	-	10.5	-
#1	M	859	765	17.5	48
#2		881	796	18.0	48
#3		884	-	14.5	-
#1	STA	1033	937	15.0	49
#2		1067	970	14.0	48
#3		994	-	10.5	-

Note: “-” means no test properties because the samples are non-statistical samples.

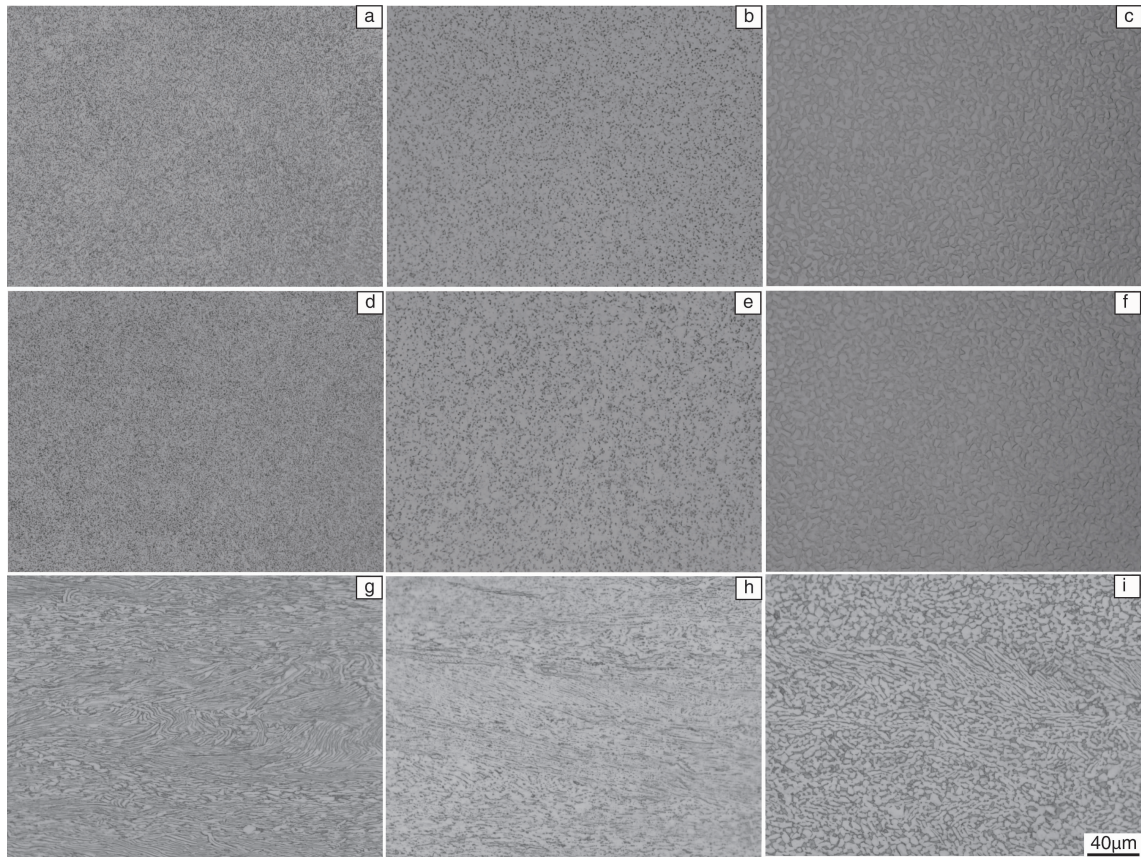


图5 合金终态不同处理状态下的显微组织: (a) #1 R, (b) #1 M, (c) #1 STA; (d) #2 R, (e) #2 M, (f) #2 STA; (g) #3 R, (h) #3 M, (i) #3 STA

Fig. 5 The microstructures of final-processing samples after different treatments: (a) #1 R, (b) #1 M, (c) #1 STA; (d) #2 R, (e) #2 M, (f) #2 STA; (g) #3 R, (h) #3 M, (i) #3 STA

4 讨 论

工艺决定组织结构, 组织结构决定力学性能, 这是金属材料的一般规律。但是对于本文用 EB 炉制备的 TC4 合金, 所呈现出的结果似乎和该规律相悖。从组织和力学性能来看, 中间态合金组织差异显著, 但力学性能却相差不大, 随着变形的深入, 组织的差异性减小, 特别是直拔和锻拔样品, 组织几乎相同, 但力学性能的差异却在增大。这种有悖于常规钛合金加工规律的原因, 目前尚不清楚。这可能与 EB 炉熔炼铸锭所特有的性质相关, 需要进一步确认。本试验在进行力学性能测试时, 还发现在相同状态下, 不同试样力学性能测试结果稳定性好, 强度偏差不超过 10 MPa, 延伸率偏差不超过 1.5%, 这种稳定性是传统真空自耗电弧熔炼制备 TC4 合金不具备的。因此, 从本试验的结果看, EB 炉制备的 TC4 合金铸锭具有其显著的特点。对于 EB 炉制备的钛合金铸锭, 应该有与之匹配的加工工艺和评价标准, 不能照

搬传统的工艺方法和标准。同时, 对于简单的三元 TC4 合金, EB 炉已经体现出性能稳定性的巨大优势, 国内应加大研究力度, 开发多元钛合金 EB 熔炼技术, 特别是航空发动机钛合金, 应尽快开展 EB 炉制备技术的相关研究, 为合金应用的稳定性和可靠性提供保障。

5 结 论

(1) 采用 EB 炉一次熔炼制备 TC4 合金工业扁锭, 成分均匀性满足国家标准要求, 表明国内已经完全掌握 EB 炉制备工业 TC4 合金扁锭的成分控制技术。

(2) 对于 EB 制备的 TC4 扁锭, 在加工的初期和中期, 不同变形方式和变形量对合金组织影响显著, 但力学性能差别不大。随着变形的继续深入, 组织差异性减小, 但性能差异性增大。

(3) 用 EB 炉制备 TC4 合金铸锭后期加工和性能展示诸多不同于常规 TC4 钛合金的规律, 这些与 EB 炉熔炼的性质相关。

参考文献 References

- [1] Mitchell A. *Materials Science and Engineering A* [J], 1999, 263(2): 217–223.
- [2] Nikolas H, Timothy Q. *Materials Science and Engineering A* [J], 2013, 573(3): 264–270.
- [3] Nikolas H, Timothy Q. *Materials Science and Engineering A* [J], 2013, 573: 271–277.
- [4] Mao Xiaonan (毛小南), Luo Lei (罗雷), Yu Lanlan (于兰兰), et al. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals* [J], 2010, 20 (Special1): S419–S424.
- [5] Lei Wenguang (雷文光), Yu Lanlan (于兰兰), Mao Xiaonan (毛小南), et al. *Foundry*(铸造) [J], 2010, 59 (9): 912–916.

(编辑 张雨明, 惠琼)