

基于等通道转角挤压的 V-5Cr-5Ti 合金晶粒细化机理

黄姝珂, 李敬民, 孟玉堂, 张永峰, 刘建辉, 李昌安

(中国工程物理研究院, 四川 绵阳 621900)

摘要: 研究了用等通道转角挤压 (ECAP) 技术处理 V-5Cr-5Ti 合金的可行性, 并分析了后续退火处理对合金硬度和微观组织的影响规律, 进而探讨了合金的晶粒细化机理。ECAP 采用相关模具在万能材料试验机上进行, 在真空炉中进行退火, 利用维氏硬度计进行硬度测试, 采用 X 射线衍射 (XRD) 分析相结构, 光学显微镜 (OM) 观察微观组织。结果表明, 在室温下 V-5Cr-5Ti 合金可以顺利进行 2 道次 ECAP 过程, 后续配合 950℃ 以上温度退火, 晶粒尺寸可以从约 100 μm 细化到约 30 μm。V-5Cr-5Ti 合金的晶粒细化机理不同于传统体心立方合金, 在挤压过程中, 原始晶粒发生自转动, 原始晶界清晰可见, 未被碎化, 但晶内出现大量的剪切滑移带。在后续退火过程中, 细小晶粒在原始晶粒内部的剪切滑移带上形成, 最终原始晶界和形成的细小晶界逐渐难以区分, 形成整体的细晶组织。

关键词: V-5Cr-5Ti 合金; 等通道转角挤压; 晶粒细化

中图分类号: TG146.4+13

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2016)09-2313-04

V-5Cr-5Ti 合金具有优良的抗中子辐照稳定性、低活化特性、耐液态金属腐蚀、较高的高温强度等优点, 因此在聚变反应堆的第一壁、包层和偏滤器等结构设计中, 以及在航空航天、高温等领域都具有广阔的应用前景^[1-4]。

目前, 关于 V-5Cr-5Ti 合金的研究还存在一个问题, 即在低温 (小于 400 °C) 中子辐照条件下 V-5Cr-5Ti 合金会出现辐照脆性 (强度提高近 3 倍, 而伸长率低于 1%)^[5,6]。这是由于合金的基体强度有限, 辐照后容易形成高密度位错环等缺陷, 进而引起剧烈硬化造成的。为了解决这个问题, 强化 V-5Cr-5Ti 合金基体是最有效的方法, 因为基体的强化可以阻止位错环等缺陷产生。具体的途径有两种: 固溶强化和细晶强化。Satou^[7]和 Shyrokov^[8]等利用固溶强化 (添加 Y、Si、Sc 等元素) 有效改善了钒合金的低温辐照脆性, 但由于引入了其他元素, 对其辐照活化性能又造成了新的不利影响。而细晶强化的方法只改变合金的微观组织结构, 不改变其化学成分, 因此不会影响其最主要的活化性能。目前的 V-5Cr-5Ti 合金经过真空熔炼制备成铸锭后, 需要经过锻造和退火处理进一步得到需要的棒料或板料。由于锻造变形量有限, 合金的晶粒大小基本在 100 μm 左右, 具有很大的细化空间。

等通道转角挤压 (equal channel angular pressing, ECAP) 技术是 20 世纪 80 年代初, 前苏联科学家 Segal 等^[9]在研究钢的变形组织和微观组织时, 为了获得纯剪切应变而开发的工艺。进入 90 年代后, ECAP 技术迅速发展成为一种制备超细晶材料的有效方法^[10,11]。

本实验利用 ECAP 技术以及相应的退火处理对 V-5Cr-5Ti 合金晶粒细化可行性进行研究, 并深入分析了在大剪切变形条件下, V-5Cr-5Ti 合金晶粒细化的机理, 为强化其基体强度提供一种新的技术思路。

1 实验

实验合金以钒、铬、海绵钛为原料, 在真空自耗电极电弧炉中经过二次熔炼制得。铸锭经包套处理后锻造开坯, 多次热锻成直径约 15 mm 的棒材, 热锻温度为 1200 °C。实验合金的化学成分分析结果如表 1 所示。

ECAP 过程如图 1 所示。通道直径为 12.4 mm,

表 1 V-5Cr-5Ti 合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of V-5Cr-5Ti alloy (ω%)

Cr	Ti	C	O	N	Si	Fe	Cu	V
4.92	5.13	0.025	0.037	<0.01	<0.01	0.042	<0.02	Bal.

收稿日期: 2015-09-13

基金项目: 中国工程物理研究院科学技术发展基金 (2014B0302044)

作者简介: 黄姝珂, 男, 1980 年生, 博士, 高级工程师, 中国工程物理研究院机械制造工艺研究所, 四川 绵阳 621900, 电话: 0816-2485628, E-mail: huangshuke@caep.cn

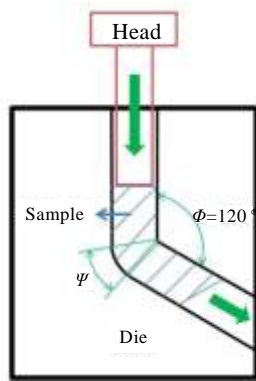


图 1 等通道转角挤压 (ECAP) 原理图

Fig.1 Process of equal channel angular pressing (ECAP)

两通道相贯的内角为 $\Phi=120^\circ$ ，外接弧角 $\psi=0^\circ$ 。挤压试样尺寸为 $\Phi 12\text{ mm}\times 70\text{ mm}$ ，室温挤压，压头速度为 5 mm/min ，挤压 1 次后沿试样轴线旋转 180° 后，再挤压第 2 次。以上实验在最大挤压力 300 kN 的 WAW-300B 型微机控制电液伺服万能试验机上完成。未 ECAP 和 ECAP 后的试样用线切割切成小块，在不同温度进行真空退火处理(真空度小于 $5\times 10^{-3}\text{ Pa}$)后，进行硬度测试和微观组织观察。

硬度采用 HV-50 维氏硬度计测试，载荷 50 N 。物相分析采用 Philip X'Pert Pro MPD 型 X 射线衍射仪 (XRD) 完成。金相试样在甘油+硝酸+氢氟酸 (体积比 1:1:1) 溶液中侵蚀后，在光学显微镜上进行微观组织观察。

2 实验结果

图 2 是 V-5Cr-5Ti 合金的 X 射线衍射图谱。从中可以看出，V-5Cr-5Ti 合金为体心立方 (bcc) 的单相固溶体结构，无其他杂相峰出现。

图 3 是 V-5Cr-5Ti 合金经过 ECAP 后硬度随退火温度的变化曲线。与未 ECAP 状态相比，V-5Cr-5Ti

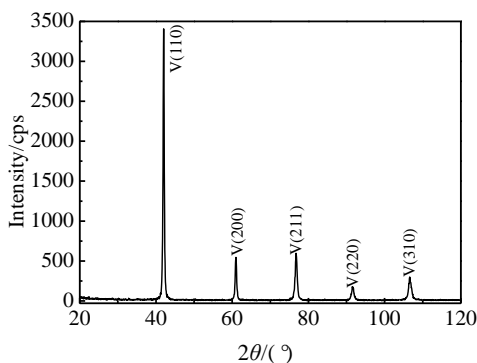


图 2 V-5Cr-5Ti 合金的 X 射线衍射图谱

Fig.2 X-ray diffraction pattern of V-5Cr-5Ti alloy

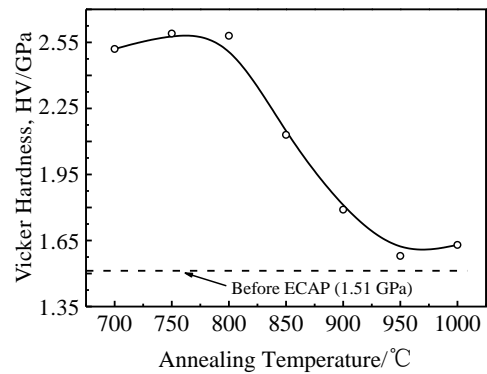


图 3 V-5Cr-5Ti 合金经过 2 次 ECAP 后硬度随退火温度的变化曲线

Fig.3 Vicker hardness variation with annealing temperature for V-5Cr-5Ti alloy after second ECAP

合金经过 2 次挤压后，硬度显著增加，从约 1.51 GPa 陡增到 2.50 GPa 左右。当退火温度小于 $800\text{ }^\circ\text{C}$ 时，V-5Cr-5Ti 合金的硬度没有明显变化，与 ECAP 状态类似。但当退火温度在 $800\text{ }^\circ\text{C}$ 至 $950\text{ }^\circ\text{C}$ 范围内变化时，合金的硬度迅速降低。退火温度进一步提高至 $950\text{ }^\circ\text{C}$ 后，硬度达到稳定的最小值 (约 1.50 GPa)，基本恢复到未 ECAP 处理的状态。

图 4 是 V-5Cr-5Ti 合金在不同状态下的微观组织照片。从中可以看出，合金未经过 ECAP 处理时，晶粒大小约为 $100\text{ }\mu\text{m}$ ，晶界清晰，晶粒内部干净(图 4a)。经过 2 次 ECAP 处理后，晶粒大小和形状没有明显变化，但晶粒内出现了大量剪切滑移带(图 4b)。当 ECAP 试样经过 $750\text{ }^\circ\text{C}$ 退火后，晶粒和剪切带形貌无明显变化(图 4c)。但当退火温度升高到 $850\text{ }^\circ\text{C}$ 时，除了能清晰看到初始晶界外，晶粒内的滑移带数量逐渐变少，一些晶粒内部出现了新形成的细小晶粒(图 4d)。随着退火温度进一步升高到 $950\text{ }^\circ\text{C}$ ，晶粒内的剪切滑移带基本消失，初始的大晶晶晶界仍然清晰可见，但此时大晶粒内部形成的细小晶粒形貌也逐步清晰(图 4e)。当退火温度达到 $1000\text{ }^\circ\text{C}$ 时，形成的细小晶粒晶界更加清晰，而初始的大晶晶晶界逐渐变得不好区分，基本形成混合的细晶组织，晶粒大小约为 $30\text{ }\mu\text{m}$ 。

3 分析与讨论

ECAP 技术(图 1 所示)与传统的塑性加工工艺(轧、挤压、拉拔、锻等)相比，最大的优点在于变形过程不改变材料的横截面形状和尺寸，因此可以实现材料的多次、定向、均匀剪切变形，进而积累特别大的应变量(可以大于 1)，然后配合适当的再结晶退火处理，最终使材料获得均匀的、显著细化的晶粒组织。

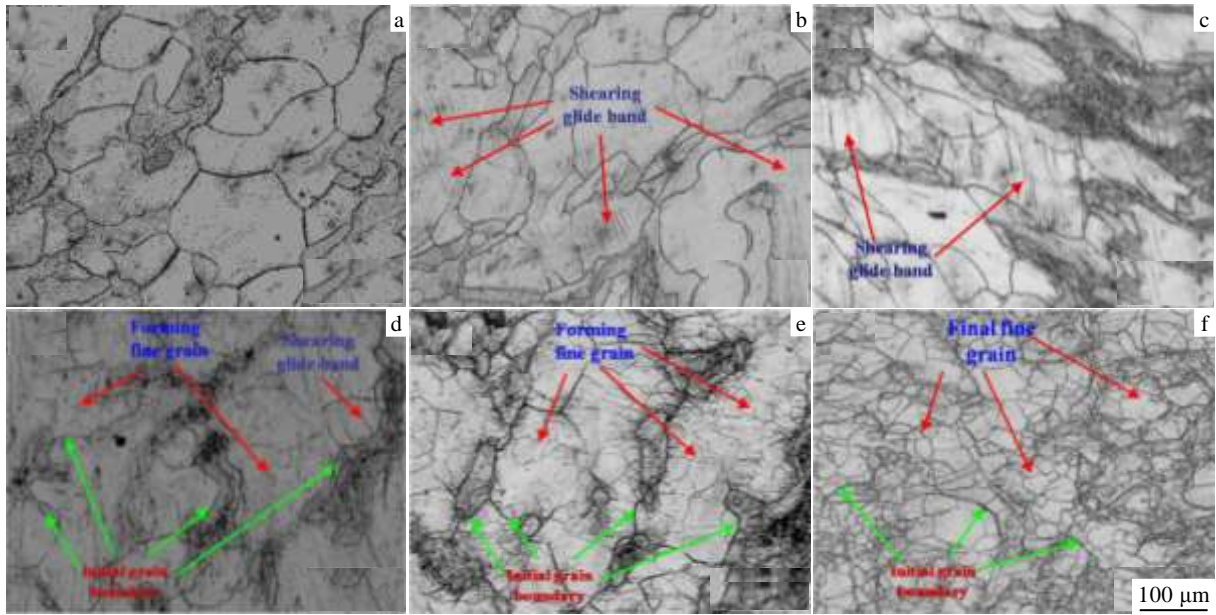


图 4 V-5Cr-5Ti 合金不同状态的微观组织照片

Fig.4 OM micrographs of V-5Cr-5Ti alloy in different states: (a) before ECAP, (b) second ECAP, (c) second ECAP + 750 °C/1 h annealing, (d) second ECAP + 850 °C/1 h annealing, (e) second ECAP + 950 °C/1 h annealing, and (f) second ECAP + 1000 °C/1 h annealing

ECAP 过程剪切变形量可由下式得出^[12]:

$$\epsilon = \frac{2\cot(\phi/2+\psi/2)+\psi\csc(\phi/2+\psi/2)}{\sqrt{3}} \quad (1)$$

经计算，本研究中 V-5Cr-5Ti 合金的单道次应变量为 $\epsilon=0.68$ ，2 道次累计变形量为 1.36。

V-5Cr-5Ti 合金是体心立方固溶体的单相结构(图 2 所示)。体心立方金属的塑性变形滑移系统主要是在 {110}、{112} 和 {123} 3 个滑移面上的 <111> 滑移方向，但在 ECAP 这种剧烈纯剪切变形模式下很难分析剪切带及亚晶界与滑移系之间的具体关系^[13]，但其细化机理主要是剪切滑移带的交互作用。

V-5Cr-5Ti 合金未进行 ECAP 时，其晶粒大小约为 100 μm，晶界清晰，晶粒内部干净(图 4a)。在进行 ECAP 剪切变形时，合金主要发生的是晶粒转动变形和晶内滑移系剪切变形，即原始晶粒形貌无明显变化，原始晶界清晰可见，而晶内出现了大量的剪切滑移带(图 4b 所示)，这些滑移带基本是高密度位错的缠结。此时，由于高密度位错缠结引起的加工硬化，使合金的硬度显著增加，如图 3 所示。V-5Cr-5Ti 合金的这种变形模式与传统的体心立方金属 ECAP 过程产生的现象有明显区别。以低碳钢为例^[13,14]，其 ECAP 过后的微观组织出现大量的剪切滑移带结构，很难再区分出原始晶粒的晶界，即原始晶粒的转动不是其主要运动模式，但 V-5Cr-5Ti 合金的晶粒自转动是非常独特的

一种运动方式。

当 ECAP 试样在低于 800 °C 的温度进行退火时，剪切过程中产生的高密度位错未发生再结晶效应，合金的硬度值基本维持不变，初始晶界和晶内的剪切滑移带依旧清晰(图 4c)。当退火温度在 800~950 °C 范围内变化时，从图 3 的曲线图中可以明显看出，V-5Cr-5Ti 合金进入了再结晶区间，硬度迅速下降至未 ECAP 状态值。从这个温度区间退火试样的微观组织可以看出(图 4d 和图 4e)，原始晶界依旧较为清晰，晶内的剪切滑移带随着温度升高逐渐减少，而晶内再结晶形成的细小晶粒轮廓逐步清晰，数量逐步增多。当温度高于 950 °C 后，由于再结晶的进一步完成，晶内的剪切滑移带基本消失，细小晶粒轮廓完全形成，此时初始晶粒的晶界逐步变得不好区分，合金形成了完全的细晶组织，大小约为 30 μm。

V-5Cr-5Ti 合金经过 ECAP 处理后剪切滑移带内的再结晶机理与碳钢的晶粒细化形核机制类似，均是以高能量区域内的亚晶为基础形核核心，通过消耗周围的高能量区长成为再结晶的有效核心。随着保温时间的延长，新晶粒逐渐长大，直至与其他新形成的细小晶粒相互接触。

4 结 论

1) V-5Cr-5Ti 合金在室温下可以顺利进行 2 道次

ECAP 处理, 累计变形量达到 1.36。

2) V-5Cr-5Ti 合金经过 ECAP 后硬度明显增加; 在低于 800 °C 退火时, 硬度没有明显变化; 在 800~950 °C 范围内退火时, 硬度迅速下降; 高于 950 °C 后, 硬度恢复到未 ECAP 的状态。

3) V-5Cr-5Ti 合金经过 ECAP 后, 原始晶粒发生自转动, 原始晶界清晰可见, 晶内出现大量的剪切滑移带。在后续退火过程中, 晶内的剪切滑移带逐步形核形成细小晶粒, 原始晶界仍然清晰。随着退火温度升高, 剪切滑移带消失, 原始晶粒内部逐步形成细小晶粒, 初始晶界逐渐难以区分。

4) 经过 ECAP 和高于 950 °C 退火后, 晶粒大小从约 100 μm 细化到约 30 μm。

参考文献 References

- [1] Chen Jiming(谌继明), Yang Lin(杨霖), Qiu Shaoyu(邱绍宇) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2003, 32(2): 113
- [2] Muroga T, Nagasaka T, Abe K et al. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2002, 307-311: 547
- [3] Nishimura A, Iwahori A, Heo N J et al. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2004, 329-333: 438
- [4] Huang Weigang(黄维刚), Tu Mingjing(涂铭旌), Chen Jiming(谌继明). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2006, 35(5): 695
- [5] Chung H M, Smith D L. *Journal of Nuclear Materials*[J], 1998, 258-263: 1442
- [6] Osch E V, Vries M I. *Journal of Nuclear Materials*[J], 1999, 271-272: 162
- [7] Satou M, Chuto T, Abe K. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2000, 283-287: 367
- [8] Shyrovkov V V, Vasylyv C B, Shyrovkov O V. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2009, 394: 114
- [9] Segal V M, Rereznikov V I, Drobyshvskii A E et al. *Russian Metallurgy*[J], 1981, 1: 99
- [10] Xu C, Schroeder S, Berbon P et al. *Acta Materialia*[J], 2010, 58(4): 1379
- [11] Langdon T G, Furukawa M, Nemoto M et al. *Journal of Metals* [J], 2000, 52: 30
- [12] Iwahashi Y, Wang J, Horita Z. *Scripta Materialia*[J], 1996, 35:143
- [13] Kim J, Kim I, Shin D H. *Scripta Materialia*[J], 2001, 45: 421
- [14] Fukuda Y, Oh-ishi K, Horita Z et al. *Acta Materialia*[J], 2002, 50: 1359

Grain Refinement Mechanism of V-5Cr-5Ti Alloy Based on Equal Channel Angular Pressing

Huang Shuke, Li Jingmin, Meng Yutang, Zhang Yonghao, Liu Jianhui, Li Changan

(China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621900, China)

Abstract: The feasibility of equal channel angular pressing (ECAP) for treating V-5Cr-5Ti alloy was investigated. The effect of annealing treatment on the hardness and grain refinement mechanism of the alloy was analyzed. ECAP was performed using pressing dies and a universal material testing machine. The annealing was done in a vacuum heat treatment furnace. The hardness was tested using a Vickers hardness tester. The phase structure was identified using X-ray diffraction (XRD). The microstructure was observed using optical microscope (OM). The results indicate that the grain size of V-5Cr-5Ti alloy can be refined from ~100 μm to ~30 μm after two times ECAP and annealing above 950 °C. It is different from the traditional grain refinement mechanism of bcc alloy. The grains of V-5Cr-5Ti alloy are rotated on itself in ECAP process, and a lot of shearing glide bands are formed in coarse grains. With the annealing temperature increasing, fine grains are formed gradually at shearing glide bands and the initial grain boundaries are still clear. Finally, the fine grains are formed completely above 950 °C, and the initial grain boundaries become blurred gradually.

Key words: V-5Cr-5Ti alloy; equal channel angular pressing; grain refinement

Corresponding author: Huang Shuke, Ph. D., Senior Engineer, Institute of Machinery Manufacturing Technology, China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621900, P. R. China, Tel: 0086-816-2485628, E-mail: huangshuke@caep.cn