

Ti-1300 合金的晶粒长大行为

万明攀^{1,2}, 赵永庆³, 曾卫东¹, 边红岩², 蔡 钢²

(1. 西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072)

(2. 贵州大学, 贵州 贵阳 550025)

(3. 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

摘要: 对 Ti-1300 合金在固溶处理过程中晶粒的长大行为进行系统研究。结果表明: 当固溶温度低于 β 转变温度时, 未溶解的 α 相使得晶粒长大缓慢; 在高于 β 转变温度固溶处理时, 晶粒随着温度升高而快速增大。晶粒长大动力表明: 在 840~950 °C 固溶处理时, β 晶粒的长大规律可用 $D=1.13 \times 10^{10} \exp(-2.1 \times 10^4/T)$ 描述, 且晶界迁移的表观激活能为 $Q=350$ kJ/mol。当固溶温度为 840、870 和 900 °C 时, 晶粒长大指数随固溶温度升高而增加, 分别为 0.31、0.55、0.56。

关键词: Ti-1300 合金; 晶粒长大指数; 晶粒尺寸

中图分类号: TG146.2*3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2015)04-0908-04

亚稳定 β 钛合金通过强化处理后可以获得 1400 MPa 以上的强度, 已越来越受到人们的关注和重视。钛合金的力学性能与显微组织(晶粒尺寸、相的形态、 α 束尺寸和体积分数)有着密切的联系。其中晶粒尺寸对钛合金的力学性能有很大的影响, 特别是对钛合金的塑性和蠕变性能。同时, 晶粒尺寸还对钛合金的变形方式、变形机制、次生 α 相的沉淀行为等都有较大的影响^[1-4]。Ti-1300 合金是西北有色金属研究院近年来开发的高强高韧近 β 型钛合金, 综合性能优于 Ti1023 钛合金^[5]。Ti-1300 合金研发以来, 主要围绕热变形行为、热处理工艺对性能的影响进行了研究^[6,7], 而没有开展过不同温度加热过程中晶粒长大规律的研究。为了使 Ti-1300 合金经过固溶时效处理获得良好的组织和性能, 必须要研究 Ti-1300 合金在固溶处理过程中的晶粒长大行为。因此, 有必要对 Ti-1300 合金在固溶加热中 β 晶粒的长大行为进行研究, 这对控制 Ti-1300 合金的组织和性能有重要的意义。

1 实 验

实验材料为西北有色金属研究院真空自耗电弧三次熔炼的 Ti-1300 合金铸锭, 经开坯、锻造、轧制得到 $\Phi 12$ mm 棒材, 金相法测得合金的 β 转变温度为 830 ± 5 °C。采用线切割的方法从棒材上切取试样, 置于箱式电阻炉中, 分别在 760、790、820、840、870、900、950 °C 分别保温不同时间, 出炉水冷。然后制成

金相试样。金相试样通过磨制、抛光, 采用 V(HF):V(HNO₃):V(H₂O)=1:2:5 配比溶液进行腐蚀, 在 Leica DMI5000M 金相显微镜上进行观察分析显微组织, 并通过 Image-pro-plus 6.0 软件统计分析出平均晶粒直径 D 。

2 结果与分析

2.1 固溶处理后显微组织的变化

将从 Ti-1300 合金棒材上取下的试样分别在 760、790、840、870、900 °C 分别保温 60 min 后水冷, 然后观察显微组织。图 1 为 Ti-1300 合金试样在不同温度下固溶 60 min 后的显微组织。由图可知, 合金的 β 晶粒尺寸随固溶温度的增加而呈增大趋势。当固溶温度为 760 和 790 °C 时, 显微组织由初生 α 相和等轴 β 相组成, 初生 α 相均匀地分布在等轴 β 相的晶粒内和晶界上。与 760 °C 固溶处理相比, 790 °C 固溶处理后, 在 β 基体和晶界上未溶的长条状和短棒状的 α 相数量减少, β 平均晶粒尺寸增加了 5.1 μm , β 晶粒尺寸长大趋势不明显(图 1a, 1b)。固溶温度高于 830 °C, 基体中的 α 相全部溶解, 得到单一的等轴 β 晶粒。固溶温度为 840 °C 时, 平均晶粒尺寸为 63 μm ; 固溶温度为 870 °C 时, 平均晶粒尺寸为 110 μm ; 固溶温度为 900 °C, 平均晶粒尺寸高达 169 μm , 晶粒尺寸分别增大了 47 和 59 μm , 可以看出 β 晶粒长大趋势增加(图 1c, 1d, 1e)。显微组织中出现了“大晶粒吃小晶粒”的现象, 且 β 晶粒尺寸

收稿日期: 2014-04-16

基金项目: 陕西省重大科技成果转化引导专项(2012KTG04-04); 陕西省重点科技创新团队项目(2012KCT-23)

作者简介: 万明攀, 男, 1982 年生, 博士生, 讲师, 西北工业大学凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072, E-mail: mm.mpwang@zgu.edu.cn

逐渐变得均匀。

β 晶粒长大是界面迁移的过程,也是原子扩散的过程,它受到加热温度、保温时间、第二相、溶质原子等因素的影响^[8-11]。固溶温度低于 β 转变温度以下时,部分未溶的初生 α 相钉扎在晶界上,阻碍了 β 晶粒界面的迁移,大大阻碍了 β 相的晶粒的长大。合金中分布着第二相时,晶界的迁移能力取决于分散颗粒的尺寸以及单位体积中第二相颗粒的数量。第二相对晶粒长大的阻力可用如下关系式来表示:

$$F_{\max} = \frac{3f\gamma_b}{2r} \quad (1)$$

式中, r 为半径, γ_b 为单位面积的晶界能, f 为单位体积中第二相所占的体积分数。从式(1)中可知,随着固溶温度增加, f 值下降,即第二相 α 相的含量越小, F_{\max} 就越小,即第二相对晶粒长大的阻力减小, β 晶粒长大趋势增大。同时合金元素在 α 相中扩散系数比在 β 相中的扩散系数小也使 β 相的晶粒长大变得缓慢^[12]。固溶温度超过 β 转变温度后, β 相中原子的扩散系数大,所以 β 晶粒长大的速率加快。

2.2 晶粒长大的动力学

2.2.1 晶粒长大动力方程

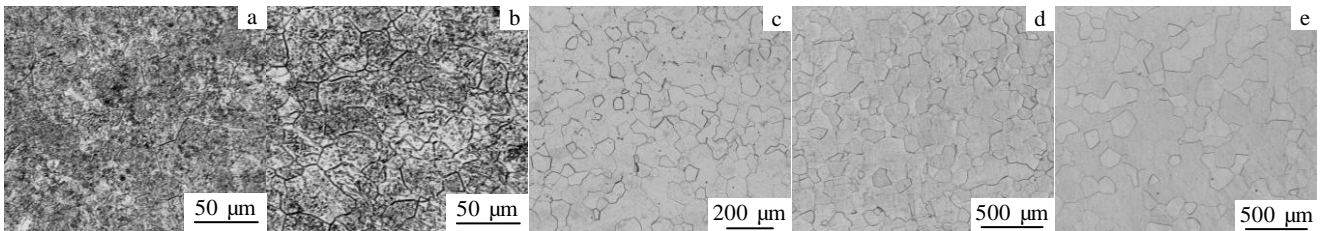


图1 不同固溶温度处理后的金相组织

Fig.1 Optical microstructures of Ti-1300 alloy after solution treatment at different solution temperatures: (a) 760 °C, 60 min; (b) 790 °C, 60 min; (c) 840 °C, 60 min; (d) 870 °C, 60 min; (e) 900 °C, 60 min

得到 Ti-1300 合金在保温 60 min 条件下 β 晶粒尺寸与固溶温度的 Arrhenius 图,如图 2 所示。由图可估算出 840~950 °C 内 β 晶界迁移的表观激活能 $Q=350$ kJ/mol, 高于纯钛的 β 相自扩散激活能 ($Q=166$ kJ/mol)。这是因为 Ti-1300 合金中的 Cr、V、Zr 等溶质原子在晶界富集,使晶界移动时拖着一起移动,且溶质原子的运动还受到其扩散速度的限制,因此对晶界的移动产生了阻力,降低了晶界迁移速度。随着加热温度的增加,晶界吸附的“气团”逐渐“蒸发”,晶界迁移率增大。

2.2.2 晶粒生长指数

晶粒长大的驱动力是界面能的降低。在界面能的驱动下,晶界不断迁移且逐渐消失,完成晶粒的长大过程^[8]。钛合金中 β 相的晶粒长大也是靠 β 晶粒的界面迁移来完成的,它是一个热激活、扩散与界面反应控制的物理冶金过程。根据金属学原理^[8,10],保温时间一定时,可以用 Arrhenius 公式来描述固溶温度对晶粒长大的影响,其公式为:

$$D^2 = A \exp(-Q/RT) \quad (2)$$

对式(2)两边取对数并整理,可得:

$$\ln D = \frac{1}{2} \ln A - \frac{1}{2} \frac{Q}{RT} \quad (3)$$

式中, A 为包含晶界扩散系数以及等温时间因子在内的常数。

把 840~950 °C, 保温 60 min 的晶粒平均直径 D 按式(3)进行回归分析,获得固溶温度与平均晶粒尺寸 D 间的关系式:

$$D = 1.13 \times 10^{10} \exp(-2.1 \times 10^4 / T) \quad (4)$$

图 3 是 Ti-1300 合金在 840、870 和 900 °C 分别保温 20~100 min 的金相显微组织。由图可以看出, β 晶粒尺寸随保温时间延长有所变化,保温时间为 20 min

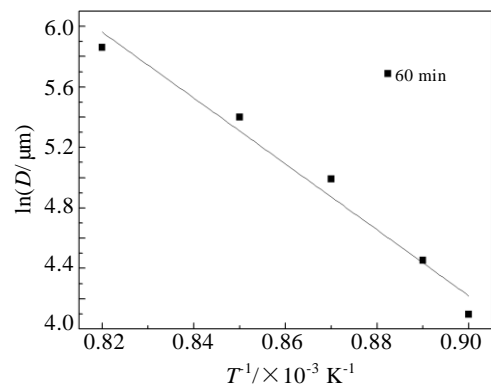


图 2 Ti-1300 合金晶粒尺寸与固溶温度的 Arrhenius 关系
 Fig.2 Arrhenius-type relation between the Beta grain size (ln *D*) of Ti-1300 alloy and the solution temperature (1/*T*)

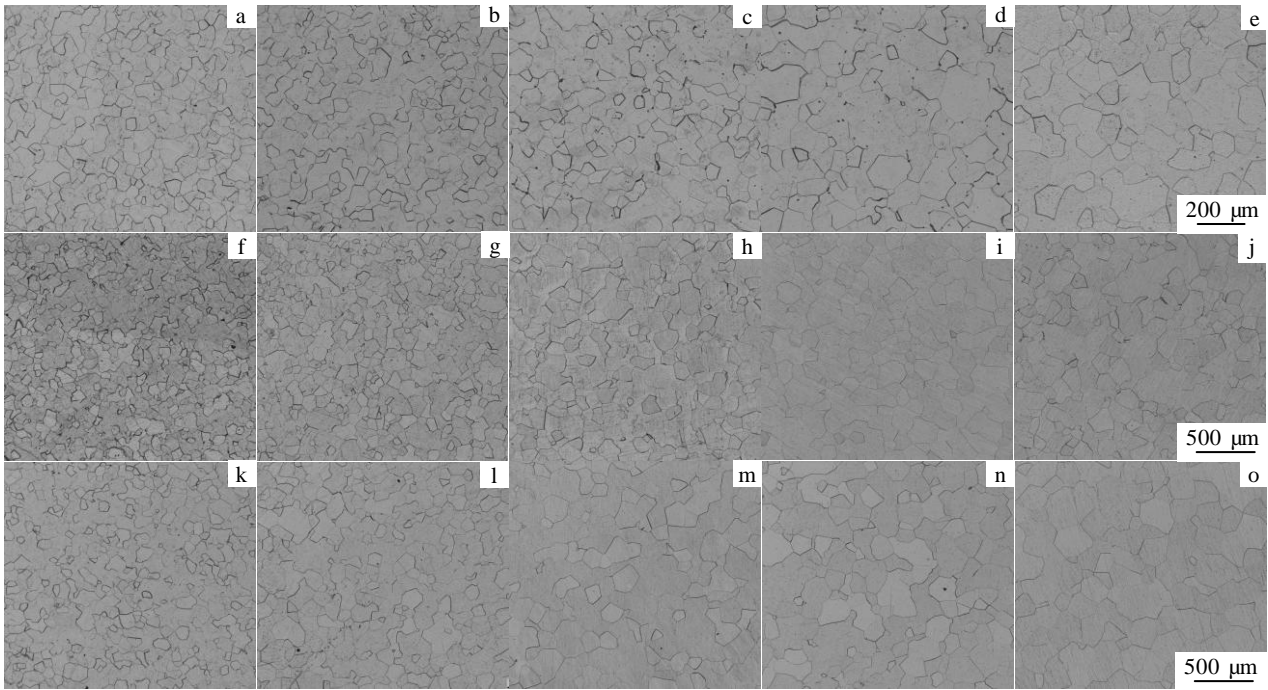


图 3 Ti-1300 合金在不同温度和不同保温时间下的显微组织

Fig.3 Optical microstructures of Ti-1300 alloy after solution treatment at different solution temperatures for different holding time: (a) 840 °C, 20 min; (b) 840 °C, 40 min; (c) 840 °C, 60 min; (d) 840 °C, 80 min; (e) 840 °C, 100 min; (f) 870 °C, 20 min; (g) 870 °C, 40 min; (h) 870 °C, 60 min; (i) 870 °C, 80 min; (j) 870 °C, 100 min; (k) 900 °C, 20 min; (l) 900 °C, 40 min; (m) 900 °C, 60 min; (n) 900 °C, 80 min; (o) 900 °C, 100 min

时 β 晶粒比较细小，随着保温时间的增加，β 平均晶粒尺寸发生了变化，小晶粒逐渐被大晶粒吞并。对显微组织中的晶粒进行统计测量出平均晶粒尺寸 *D*，测量结果见图 4。可以看出，在等温条件下，随保温时间的延长，晶粒均匀地长大。Ti-1300 合金的晶粒长大行为与保温时间的关系可用 Beck 方程描述^[13]：

$$D = Ct^\eta \tag{5}$$

式中，*D* 为一定时间下的平均晶粒直径，*C* 为系统常数，*t* 为保温时间(s)， η 为晶粒生长指数。取 $A = \ln C$ ，对上式两边取对数可得：

$$\ln D = A + \eta \ln t \tag{6}$$

根据实验数据可以得到 $\ln D - \ln t$ 关系曲线(图 5)。从图 5 中可以看出， $\ln D$ 和 $\ln t$ 之间有良好的线性关系，直线的斜率对应不同温度下的晶粒生长指数，采用 origin8.0 软件进行线性拟合得到晶粒生长指数 η 如表 1 所示。

表 1 表明 Ti-1300 合金在固溶温度在 840~900 °C

之间，晶粒生长指数随着固溶温度升高而增大，当固溶温度为 840 °C，晶粒长大指数为 0.31；固溶温度为 870 和 900 °C 时的晶粒生长指数均超过并接近 1/2。

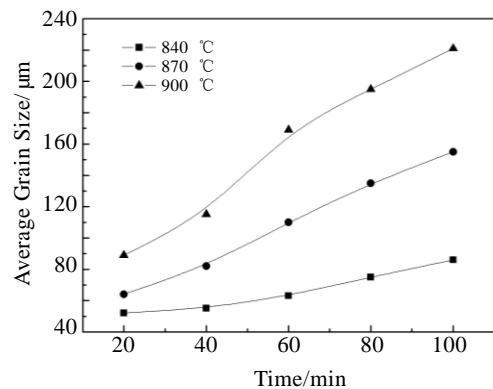
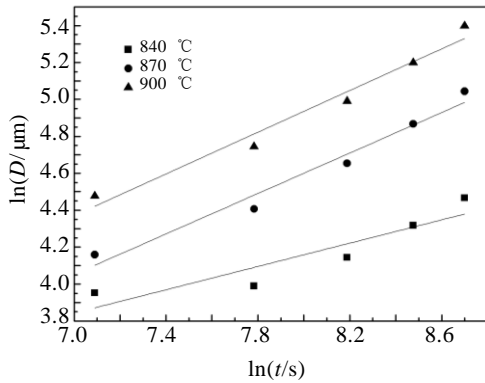


图 4 不同固溶温度下合金的晶粒尺寸随时间的变化
 Fig.4 Variation of grain size vs time of Ti-1300 alloy at different solution temperatures

表1 不同固溶温度下晶粒的长大指数

Table 1 Grain growth exponent at different solution temperatures

Temperature/°C	840	870	900
η	0.31	0.55	0.56

图5 不同温度下合金的 $\ln D$ - $\ln t$ 关系曲线Fig.5 Curves of $\ln D$ vs $\ln t$ of Ti-1300 alloy at different solution temperatures

3 结论

1) Ti-1300 合金随固溶温度升高,晶粒尺寸不断增加,当固溶温度低于 β 转变温度时,因有部分初生 α 相未溶解抑制了晶粒长大而使晶粒长大缓慢;在高于 β 转变温度固溶处理时,晶粒随温度的升高快速长大。

2) 固溶温度在 840~950 °C 之间, β 晶粒长大规律可用公式 $D=1.13 \times 10^{10} \exp(-2.1 \times 10^4/T)$ 描述,晶界迁移的表观激活能为 $Q=350$ kJ/mol。

3) Ti-1300 合金在 840、870 和 900 °C 下晶粒生长指数随固溶温度的升高而增加。

参考文献 References

[1] Christoph Leyens, Manfred Peters. *Titanium and Titanium Alloys*[M]. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co.

KGaA, 2003

- [2] Ivasishin O M, Markovsky P E, Semiatin S L *et al. Materials Science and Engineering*[J], 2005, A405: 296
- [3] Bouyer R R. *Materials Science and Engineering*[J], 1996, A213: 103
- [4] Karasevskaya O P. *Materials Science and Engineering*[J], 2003, A354: 121
- [5] Zhao Yongqing(赵永庆), Hong Quan(洪权), Ge Peng(葛鹏). *Metallograph of Titanium and Titanium alloy*(钛及钛合金的金相图谱)[M]. Changsha: Central South University Press, 2011
- [6] Zhao Yinghui(赵映辉), Ge Peng(葛鹏), Zhao Yongqing(赵永庆) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2009, 38(1): 46
- [7] Wen Jianhong(汶建宏), Ge Peng(葛鹏), Yang Guanjun(杨冠军) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2009, 38(8): 1490
- [8] Hu Gengxiang(胡庚祥), Cai Xun(蔡珣). *Foundation of Materials Science*(材料科学基础)[M]. Shanghai: Shanghai Jiaotong University Press, 2001
- [9] Zhong Yunlong(钟云龙), Liu Guoquan(刘国权), Liu Shengxin(刘胜新) *et al. Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2003, 39(7): 699
- [10] Yu Yongning(余永宁). *Principle of Physical Metallurgy*(金属学原理)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2000
- [11] Liu Zongchang(刘宗昌). *Principle of Microstructure Transformation of Materials*(材料组织结构转变原理)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2006
- [12] Christoph Leyens, Manfred Peters. *Titanium and Titanium Alloys*[M]. Weinheim: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2003
- [13] Mao Weimin(毛卫民), Zhao Xinbing(赵新兵). *Recrystallization and Grain Growth of Material*(金属的再结晶与晶粒长大)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 1994

Grain Growth Behavior of Ti-1300 Alloy

Wan Mingpan^{1,2}, Zhao Yongqing³, Zeng Weidong¹, Bian Hongyan², Cai Gang²

(1. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwest Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

(2. Guizhou University, Guiyang 550025, China)

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

Abstract: Grain growth behavior and its kinetics during the solution treatment process of Ti-1300 alloy have been investigated. The results show that the insoluble α leads to slight variation of grain size below the β transus temperature of Ti-1300 alloy, and the grain growth become rapid above the β transus temperature of Ti-1300 alloy. The grain growth kinetics at temperatures from 840 to 950 °C indicates that the variation of average β grain size with solution temperature in Ti-1300 alloy obeys the following relationship: $D=1.13 \times 10^{10} \exp(-2.1 \times 10^4/T)$. The activation energy value for grain growth in Ti-1300 alloy is 350 kJ/mol. It means that the grain growth

mechanism is a self-diffusion-controlling process. When solution treated at 840, 870 and 900 °C, the grain growth exponents (n) are 0.31, 0.55 and 0.56, respectively. The values of n increase with the raise of solution temperature.

Key words: Ti-1300 alloy; grain growth exponents; grain size

Corresponding author: Zhao Yongqing, Professor, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, P. R. China, Tel: 0086-29-86266577, E-mail: trc@c-nin.com