

应变对 β 固溶 Ti-55531 合金室温压缩变形机制的影响

蔡建华^{1,2}, 毛小南^{1,2}, 辛社伟², 周伟², 李倩², 赵永庆²

(1. 东北大学, 辽宁 沈阳 110819)

(2. 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

摘要: 研究应变对 β 固溶处理后 Ti-55531 合金室温压缩变形机制的影响, 相变点以上固溶水淬处理后得到全 β 组织, 使用 Gleeble3800 热模拟试验机和 6.3MN 锻造模拟试验机完成室温压缩。运用 OM, XRD 和 TEM 对不同应变后的组织进行观察, 结果表明: 应变速率为 0.0005 s^{-1} , 工程应变量为 30% 室温压缩真应力-真应变有明显的应变硬化阶段, 应变速率为 0.1 s^{-1} , 工程应变量为 30% 室温压缩真应力-真应变曲线无明显的应变硬化阶段, 而出现了流变软化现象; 室温压缩真应力-真应变曲线均无双屈服现象, 不同应变速率条件下, 相同应变量的变形组织特征差异较小, 室温压缩变形机制以滑移为主, 随着应变量的增大, 位错密度逐渐增大, 出现了位错塞积、位错缠结和剪切; 工程应变量为 30% 出现了应变诱发 α'' 马氏体转变; 应变速率为 10 s^{-1} , 工程应变量为 50% 和 60% 也出现了应变诱发 α'' 马氏体转变。

关键词: Ti-55531 合金; 室温压缩; 变形机制

中图分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)05-1651-06

Ti-55531 合金是由美国 Airbus 公司与 VSMPO 公司合作对 Ti-5553 合金进行改进, 在其基础上添加了 1%(质量分数)的元素 Zr 研制的新型高强韧钛合金, 亦即 VST-55531 合金。该合金的强度与 Ti-5553 合金相当, 但加工性能优于 Ti-5553 合金, 已用于制造空客 A380 飞机发动机机舱吊挂接头等关键承力部件^[1,2]。

Ti-55531 合金属于亚稳定 β 型钛合金。亚稳定 β 型钛合金由于添加了大量 β 稳定元素, 马氏体转变开始温度低于室温, 因此高温固溶快速冷却(淬火)后, 通常会将亚稳定 β 相保留至室温^[3]。这种保留的亚稳定 β 相在外加应力作用下, 当应力达到一定值时可能发生应力诱发 α'' 马氏体转变, 应力诱发马氏体转变在一些合金中已经做了大量的研究, T. Furuhera 和 A. Bhattacharjee 等^[4,5]研究了 Ti-10V-2Fe-3Al (钼当量为 11.14) 亚稳定 β 型钛合金的室温变形行为, 将合金在相变点以上固溶快冷后亚稳定 β 相被保留到室温, 室温变形后发现了应力诱发 α'' 马氏体转变。T. Grosdidier 等研究了亚稳定 β 型钛合金 β -Cez (钼当量为 9.33) 的室温拉伸变形行为, 发现试样在 β 相区固溶后, 变形机制主要是应力诱发 α'' 马氏体转变, 试样在 $\alpha+\beta$ 两相区固溶处理后, 发现由于 α 相的存在, 造成 β 稳定元素重新分布, β 稳定元素主要集中在 β 相, 同时 α 相的存在导致大 β 晶粒被分割成较小的晶粒, 两者都增加了 β 相的稳定性, 变形机制由应力诱发 α'' 马氏体

转为应变诱发 α'' 马氏体^[6-8]。Y. Yang 等^[9-11]研究了亚稳定 β 钛合金 Ti-224 (钼当量为 11.14) 的室温压缩变形行为, 发现其变形机制不仅与 β 相的稳定性有关, 还与应变量有关, 整个变形过程由多种机制协调配合完成, 变形初始阶段工程应变量为 5% 时, 变形机制有位错滑移、应力诱发 ω 和 α'' 相变、 $\{332\}\langle 113\rangle\beta$ 和 $\{112\}\langle 111\rangle\beta$ 孪生等, 随着应变量的增加, 当工程应变量增大到 30%~54% 时, 发生了位错塞积、位错缠结和扭折, 当工程应变量增大到 77% 时, 由于应变量较大发生了剪切。虽然, Ti-55531 合金属于亚稳定 β 型钛合金, 但是与上述钛合金相比, 其钼当量较高 (14.25), 室温压缩载荷下的变形机制有所不同, 这方面的研究鲜有文献报道, 因此, 本实验通过研究不同应变条件下 β 固溶处理后的 Ti-55531 合金室温压缩载荷下的变形机制, 对其在服役过程中显微组织设计和变形方式的引导控制具有重要的意义。

1 实验

实验材料由西部超导材料科技有限公司提供, Ti-55531 合金名义成分为 Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-1Zr (质量分数, %), 经 3 次真空自耗电弧熔炼熔铸成直径为 $\Phi 640\text{ mm}$ 的铸锭, 采用 4500 t 快锻机在 β 相区进行开坯, 再在 $\alpha+\beta$ 两相区反复拔拔使其晶粒充分破碎, 终锻成 $\Phi 350\text{ mm}$ 的棒材。本研究通过金相法测定该合

收稿日期: 2018-05-10

基金项目: 国家自然科学基金 (51471136); 国家国际科技合作项目 (2015DFA51430)

作者简介: 蔡建华, 男, 1986 年生, 硕士, 东北大学材料科学与工程学院, 辽宁 沈阳 110819, E-mail: caijianhua2008@126.com

金的相变点为(830±5) °C。选择相变点以上温度(860 °C)保温 2 h, 水淬处理使高温亚稳定 β 相全部保留至室温(如图 1 所示), 由图 1 可知, 固溶处理后的组织由单一等轴 β 晶粒组成, 并且, β 晶粒中存在少量位错, 这些位错是在热加工过程中产生的。固溶处理后的合金加工成 Φ6 mm×9 mm 的室温压缩试样。工程应变量为 8%, 10%和 30%的试样在 Gleeble3800 热模拟试验机上完成, 应变速率为 0.0005 和 0.1 s⁻¹; 工程应变量为 50%和 60%的试样在 6.3 MN 锻造模拟试验机上完成, 应变速率为 10 s⁻¹。取样方式均为沿着压缩方向从试样中心位置纵向取样, 使用蔡司 Axio Vert A1 金相显微镜观察显微组织, 使用 Bruker D8 Advance XRD 多晶衍射仪分析合金的相组成, 使用 JEM-200CX TEM 分析变形组织, 使用双喷减薄仪对试样进行减薄, 双喷液为: 高氯酸:甲醇:正丁醇=1:10:20 (体积分数), 工作电压 35~45 V, 工作电流为 30 mA; 采用液氮冷却, 工作温度为-35 °C左右。

2 结果与分析

2.1 真应力-真应变曲线分析

图 2 所示为 β 固溶处理后 Ti-55531 合金室温压缩真应力-真应变曲线, 应变速率分别为 0.0005 和 0.1 s⁻¹,

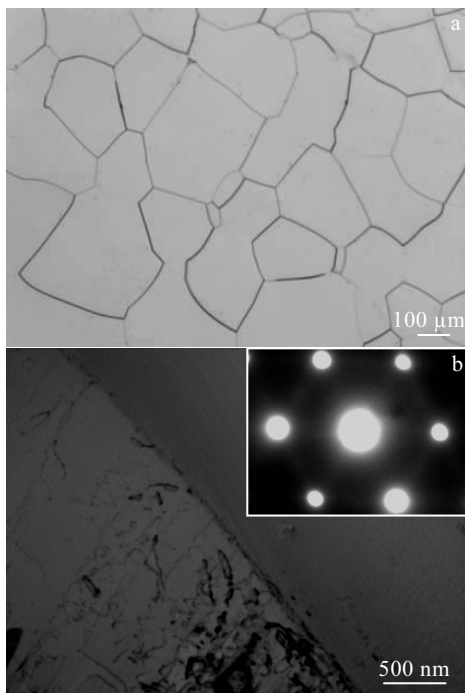


图 1 Ti-55531 合金在 860°C 固溶 2 h 水淬后组织

Fig.1 Microstructure of Ti-55531 alloy after solution treatment at 860 °C for 2 h and quenching in water: (a) optical micrograph and (b) TEM bright-field images and selected area electron diffraction pattern

由图 2 可知真应变在-0.062 以下属于弹性变形阶段, 真应变在-0.062 以上属于塑性变形阶段, 真应力-真应变曲线均未出现双屈服现象。应变速率为 0.0005 s⁻¹ 的室温压缩真应力-真应变曲线出现了明显的应变硬化现象。应变速率为 0.1 s⁻¹ 的室温压缩由于瞬时产生的应变较大, 即产生的瞬时塑性功较大, 绝大部分塑性功会转化为热能, 钛合金的导热性能较差变形过程中材料局部温度较高产生了流变软化现象, 因此, 应变速率为 0.1 s⁻¹ 的室温压缩真应力-真应变曲线无明显的应变硬化现象^[12]。为了研究 β 固溶处理后 Ti-55531 合金不同应变下室温压缩载荷的变形机制, 根据压缩真应力-真应变曲线特征, 选取曲线上 A、B 和 C 3 点研究不同应变下合金组织结构特征, 其中 A 点刚过屈服点, C 点为 Gleeble3800 在该实验条件下应变量的最大点, B 点位于 A 和 C 之间, B 点在应变速率为 0.0005 s⁻¹ 的实验条件下处于应变硬化阶段, B 点在应变速率为 0.1 s⁻¹ 的实验条件下处于流变软化阶段。A、B 和 C 3 点对应的工程应变量分别为 8%、10%和 30%。由于实验设备 Gleeble3800 热模拟试验机所能承受的最大压应力有限, 因此在该实验条件下选取的最大工程应变量为 30%。此外, 为了研究在高应变速率条件下较大应变的变形机制, 使用 6.3 MN 锻造模拟试验机完成应变速率为 10 s⁻¹, 应变量为 50%和 60%的室温压缩实验。

2.2 OM 组织分析

图 3 所示为 β 固溶处理后 Ti-55531 合金不同应变下室温压缩的金相显微组织图, 压缩方向如图 3a 箭头所示。由图可知, 不同应变速率条件下, 相同应变量的变形组织金相特征差异较小。与原始组织图 1a 相

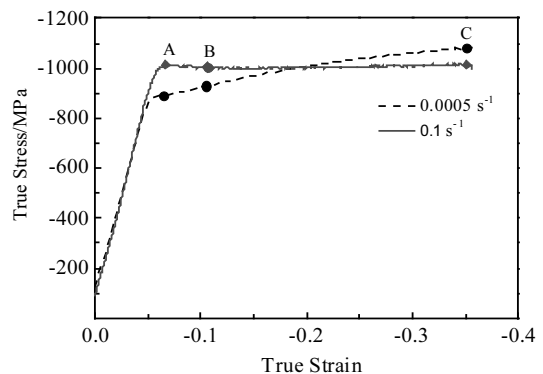


图 2 β 固溶处理后 Ti-55531 合金不同应变速率下的室温压缩真应力-真应变曲线

Fig.2 Compression true stress-true strain curves at different strain rates of the Ti-55531 alloy after solution treatment above β phase

比，室温压缩后的试样晶粒内存在一些不同方向的平行细线，在亚稳定 β 钛合金中，通常这种形貌的细线是滑移线或者是应力（应变）诱发 α'' 马氏体^[9]。根据滑移的临界分切应力 τ 计算公式（1）：

$$\tau = \frac{F}{A} \cos \phi \cos \lambda \quad (1)$$

公式中 $\frac{F}{A}$ 为压缩截面的正应力， ϕ 为滑移面法线与外力 F 中心轴夹角， λ 为滑移面方向与外力 F 的夹角， $\cos \phi \cos \lambda$ 为施密特（Schmid）因子，可知对于单个晶粒来说，要启动滑移系，分切应力的大小、滑移方向和滑移面的夹角要满足一定的条件，由于取向关系在相同应变下不同晶粒内开动的滑移系数量存在差异，滑移线的密度不同。通过对比压缩后不同应变量的金相组织可知，总的趋势是随着应变量的增加，参与变

形的晶粒逐渐增多，等轴晶粒整体上逐渐被压扁，滑移线密度逐渐增大，滑移线内积聚的塑性应变不断增大，应变较大时出现了“纤维化”。

2.3 XRD 分析

图 4 所示为 β 固溶处理后 Ti-55531 合金室温压缩前和室温压缩后不同应变速率和不同应变量的 XRD 图谱，扫描平面平行于压缩方向，与标准 PDF 卡片对比，由于存在内应力峰位均向高角度发生了偏移。未变形的组织存在轻微的组织，这可能是合金在热加工过程中产生的。通过分析 XRD 谱可知，与变形前相比，变形后未发现 α'' 马氏体。

2.4 TEM 变形组织分析

β 固溶处理后 Ti-55531 合金不同应变速率和应变量的室温压缩变形产物均通过 TEM 进行了进一步观察研究（如图 5 所示）。由图可知，不同应变速率条件下，

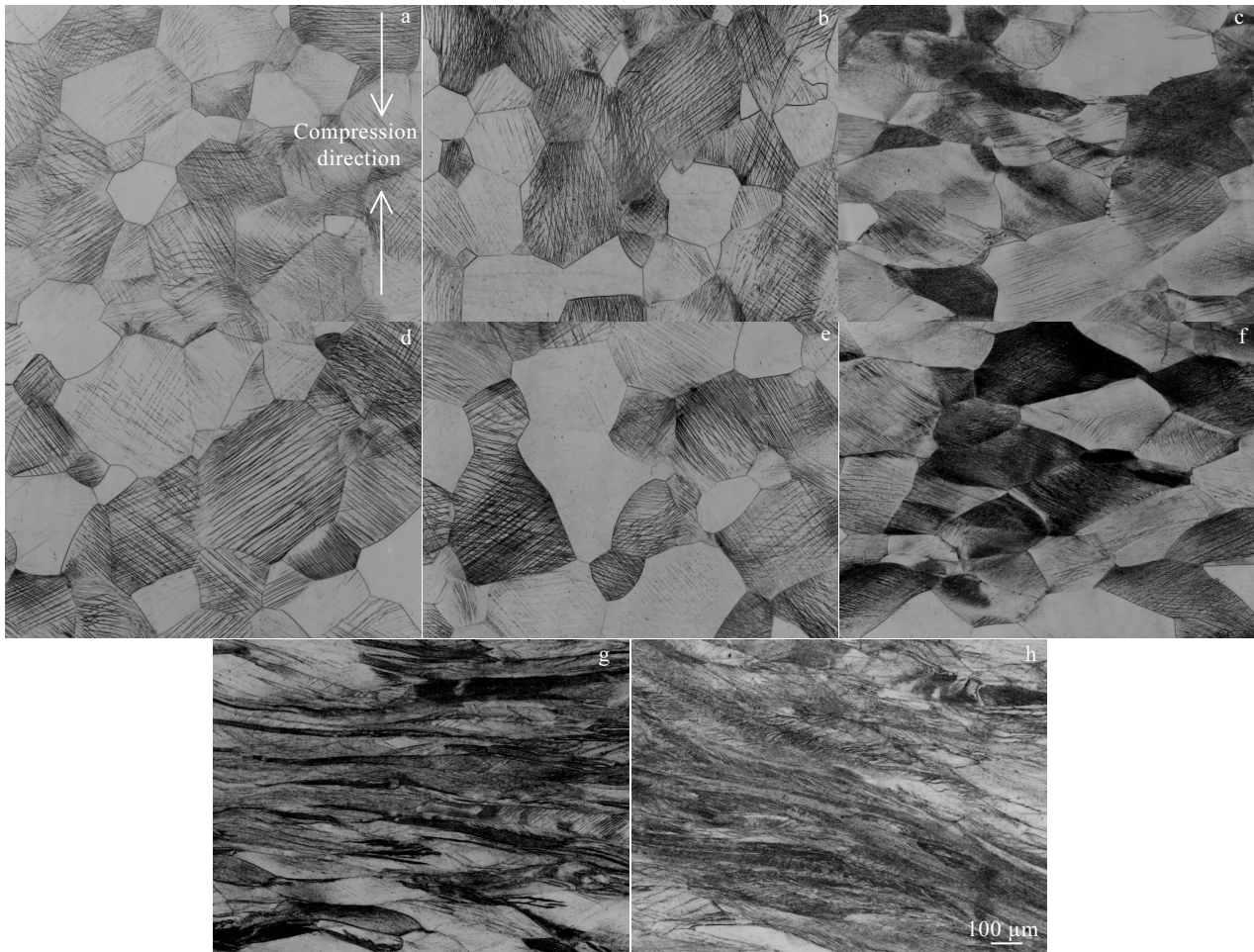


图 3 β 固溶处理后 Ti-55531 合金不同应变速率和不同应变量的显微组织

Fig.3 Optical microstructures of Ti-55531 alloy after solution treatment above β phase at different reductions and strains at room temperature : (a, d) 8%, (b, e) 10%, (c, f) 30%, (g, h) 50%, (h) 60%; (a-c) 0.0005 s^{-1} , (d-f) 0.1 s^{-1} , (g, h) 10 s^{-1}

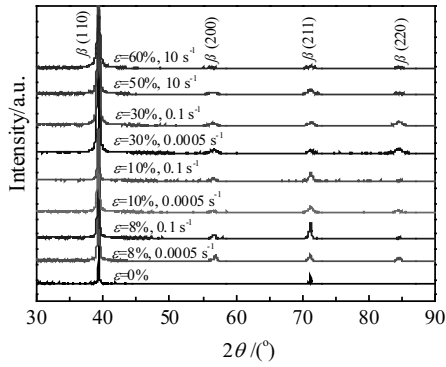


图 4 β 固溶处理后 Ti-55531 合金室温压缩前和室温压缩后不同应变的 XRD 图谱

Fig.4 XRD patterns of Ti-55531 alloy solution treated above β phase before and after compression at different strains

相同应变量的变形组织特征差异较小。由图 5a 和 5e 可知变形初始阶段工程应变量为 8%时, 与原始组织图 1b 相比, 位错密度有所增加。随着应变量的增大, 图 5f 工程应变量为 10%时出现了不同方向的位错线, 分别

平行于 $[\bar{1}\bar{1}1](\bar{1}\bar{1}\bar{2})\beta$ 和 $[111](\bar{1}\bar{1}\bar{2})\beta$ 方向, 它们属于 $\langle 111 \rangle \{112\}$ 滑移系, 说明该应变下 $\langle 111 \rangle \{112\}$ 滑移系被启动, 参与了主要的塑性变形。当工程应变量增大到 30%时, 由图 5c 和 5g 可以看出, 该应变下出现了位错塞积和位错缠结, 同时图 5d 和 5h 出现了针状 α'' 马氏体, 图 5h 由于应变量大导致马氏体局部发生了剪切。此外, 通过观察图 5i 和 5k 可知, 在高应变速率 (10 s^{-1}) 大应变下 (50%和 60%) 出现了严重的位错塞积和位错缠结, 同时图 5j 和 5l 也出现了 α'' 马氏体。

3 讨论

亚稳定 β 型钛合金 α'' 马氏体转变开始温度低于室温, 因此从 β 相区固溶淬火快速冷却至室温时不发生 α'' 马氏体转变, 但是对合金进行塑性变形, α'' 马氏体转变有可能发生。此时的马氏体称为应力或者应变诱发 α'' 马氏体转变。应力或者应变诱发 α'' 马氏体转变可以从热力学的角度来解释^[13, 14], 图 6 给出了 α'' 马氏体的自由焓差与温度之间的关系, 假设 $\Delta G^{\beta \rightarrow \alpha''}$ 是 α'' 马氏体转变所需的驱动力, 在马氏体转变开始 M_s 点, 化学

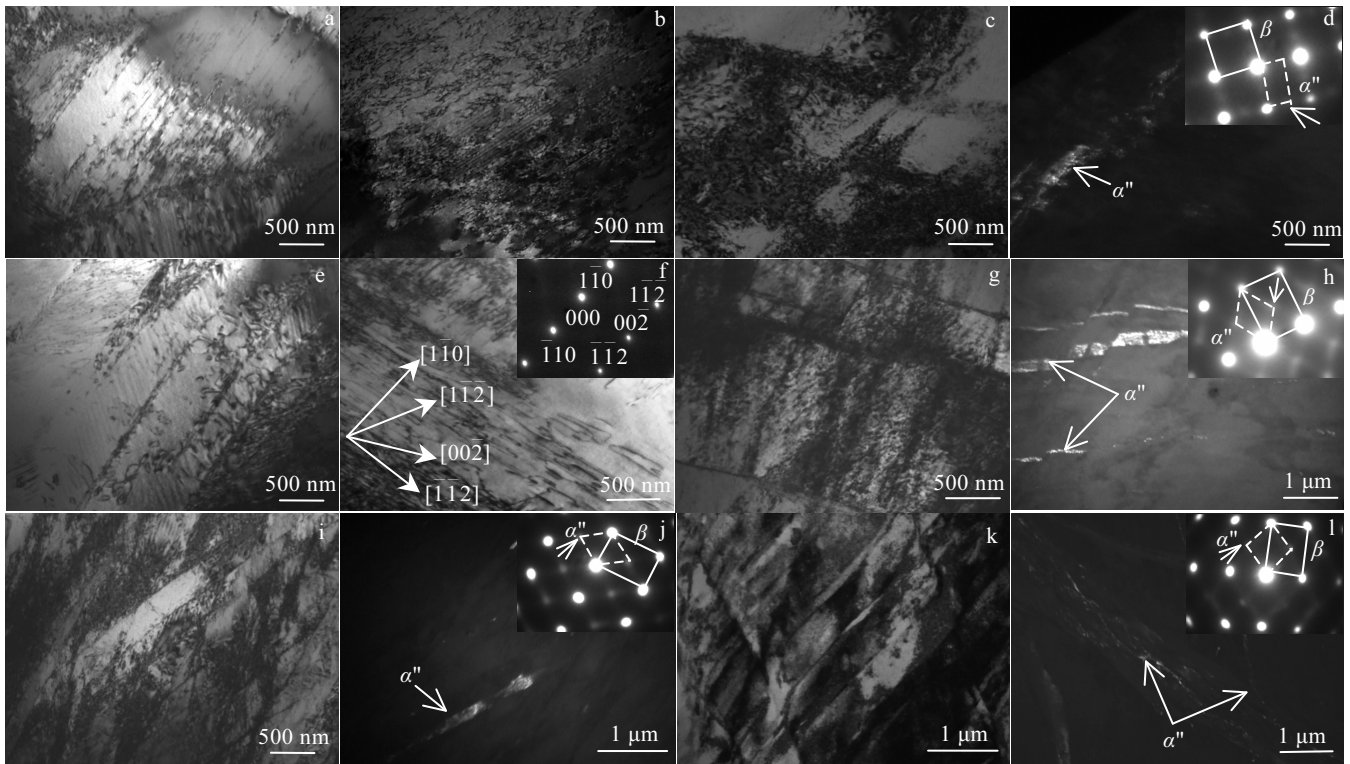


图 5 β 固溶处理后 Ti-55531 合金室温压缩后不同应变的 TEM 形貌和选区电子衍射花样

Fig.5 TEM bright-field images and selected area electron diffraction pattern of Ti-55531 alloy after solution treatment above β phase and at different reductions and strains: (a, e) 8%, (b, f) 10%, (c, d, g, h) 30%, (i, j) 50%, (k, l) 60%; (a~d) 0.0005 s^{-1} , (e~h) 0.1 s^{-1} , (i~l) 10 s^{-1} ; (f) $[110]$ zone axis, (d) selected area electron diffraction pattern of $[100]\alpha'' // [100]\beta$ zone axis and black-field images, (h, j, l) selected area electron diffraction pattern of $[001]\alpha'' // [011]\beta$ zone axis and black-field images

(成分) 驱动力已达到马氏体转变所需的驱动力 $\Delta G^{\beta \rightarrow \alpha'}$, 马氏体转变可以进行。如果温度高于马氏体转变开始温度 M_s , 化学(成分)驱动力小于马氏体转变所需的驱动力 $\Delta G^{\beta \rightarrow \alpha'}$, 马氏体转变不能进行, 但是塑性变形可以提供机械驱动力, 将塑性变形提供的机械驱动力与化学(成分)驱动力叠加从而得到 ab 线, 在 P 点以左, 二者之间和大于马氏体转变所需的驱动力 $\Delta G^{\beta \rightarrow \alpha'}$, 固塑性变形可以诱发马氏体转变, α' 马氏体相变与母相 β 有一定的位向关系: $[100]\alpha' // [100]\beta$, $[010]\alpha' // [01\bar{1}]\beta$, $[001]\alpha' // [011]\beta$, 惯析面为 $\{113\}\beta$ ^[15]。此外, 由于塑性变形过程中马氏体的出现, 亚稳定 β 钛合金室温变形真应力-真应变曲线通常会出现双屈服现象, 变形过程主要分为 4 个阶段: β 母相发生弹性变形; 部分 β 母相转变为 α' 马氏体; 剩余 β 母相与 α' 马氏体共同参与弹性变形; 剩余 β 母相与 α' 马氏体共同参与塑性变形^[16, 17]。因此, β 固溶处理的 Ti-55531 合金室温压缩过程中, 当塑性变形提供的机械驱动力足够大, 与化学(成分)驱动力叠加达到 ab 线以上, 可以发生 α' 马氏体转变。但是本实验中 β 固溶处理后的 Ti-55531 合金室温压缩变形机制有所不同, 真应力-真应变曲线未表现出双屈服现象, 图 5 TEM 形貌图和选区衍射斑点说明 α' 马氏体转变发生在较大的变形阶段(30%、50%和 60%), 弹性变形阶段和变形量较小的阶段(8%和 10%)均未发生 α' 马氏体转变。同时说明金相中观察到的平行直线绝大部分是滑移线, 只有应变量为 30%、50%和 60%时少量直线为 α' 马氏体, XRD 谱在上述应变下也未发现 α' 马氏体, 说明 α' 马氏体含量较少。作者认为这种现象与 Ti-55531 合金 β 稳定元素含量有关, T. Furuhashi 和 A. Bhattacharjee 等^[4, 5]研究的亚稳定 β 钛合金 Ti-10V-2Fe-3Al 钼当量为 11.14, T. Grosdidier 等^[6, 7]研究的亚稳定钛合金 β -Cez 钼当量为 9.33, 杨义等^[8-11]研究的亚稳定 β 钛合金 Ti-224(Ti-22.4Nb-0.73Ta-2Zr-1.34O)钼当量为 11.16, 室温变形真应力-真应变曲线均出现了双屈服现象, 从弹性变形阶段开始发生了应力诱发 α' 马氏体转变。亚稳定 β 钛合金在变形过程中发生应力诱发 α' 马氏体转变或者应变诱发 α' 马氏体转变, 转变形式与 β 相的稳定性有密切的关系, 随着 β 相钼当量的提高, 即随着 β 相稳定性的提高, 转变会由应力型逐渐过渡到应变型^[18]。本实验中 Ti-55531 合金的钼当量为 14.25, β 相较稳定, 在弹性变形阶段和应变较小的塑性变形阶段, 塑性变形提供的机械驱动力和化学(成分)驱动力叠加未能达到马氏体转变所需的驱动力, 因此未发生应力诱发 α' 马氏体转变, 真应力-真应变曲线未出现双屈服现象, 当应变足够

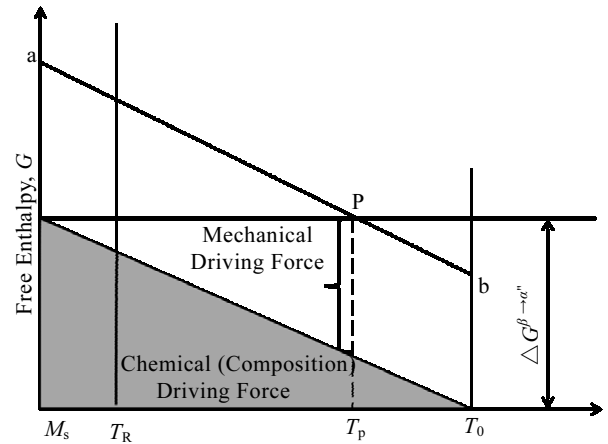


图 6 应力诱发 α' 马氏体转变热力学原理示意图

Fig.6 Thermodynamic illustration of stress-induced α' martensitic transformation

大时, 二者叠加达到了 α' 马氏体转变所需的驱动力时, 才发生了 α' 马氏体转变, 这种转变属于应变诱发 α' 马氏体转变。

4 结 论

1) 亚稳定 β 钛合金 Ti-55531 相变点以上固溶后水淬获得全 β 组织, 应变速率为 0.0005 s^{-1} , 工程应变量为 30%室温压缩真应力-真应变曲线有明显的应变硬化阶段, 应变速率为 0.1 s^{-1} , 工程应变量为 30%室温压缩真应力-真应变曲线无明显的应变硬化阶段, 而出现了流变软化现象, 室温压缩真应力-真应变曲线均无双屈服现象。

2) 室温压缩变形过程中的变形机制主要以滑移为主, 应变速率为 0.1 s^{-1} , 工程应变量为 10%出现了 $[\bar{1}\bar{1}](\bar{1}\bar{1}2)\beta$ 和 $[111](\bar{1}\bar{1}2)\beta$ 滑移。不同应变速率条件下, 相同应变量的变形组织特征差异较小, 随着应变增大, 位错密度逐渐增加, 同时出现了位错塞积、位错缠结和剪切。

3) 工程应变量为 30%、50%和 60%时, 由于塑性变形提供的机械驱动力与化学(成分)驱动力叠加达到了马氏体转变所需的驱动力, 出现了应变诱发 α' 马氏体转变, α' 与母相 β 的位向关系为: $[100]\alpha' // [100]\beta$, $[001]\alpha' // [011]\beta$ 。

参考文献 References

[1] Huang Jun(黄俊). Thesis for Doctorate(博士学位论文)[D]. Hefei: Hefei University of Technology, 2011
 [2] Jérôme Pora. Aviation Maintenance & Engineering[J], 2003(6):

- [3] Zhang Zhu(张 翥), Wang Qunjiao (王群骄). *Metallography and Heat Treatment of Titanium* (钛的金属学和热处理)[M]. Beijing: Metallurgical Industry Press, 2009: 75
- [4] Furuhashi T, Annaka S, Tomio Y *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2006, 438-440: 825
- [5] Bhattacharjee A, Bhargava S, Varma V K *et al. Scripta Materialia*[J], 2005, 53(2): 195
- [6] Grosdidier T, Philippe M J. *Materials Science and Engineering A* [J], 2000, 291(1-2): 218
- [7] Grosdidier T, Combres Y, Gautier E *et al. Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2000, 31(4): 1095
- [8] Cai Jianhua(蔡建华), Mao Xiaonan(毛小南), Huang Chaowen(黄朝文) *et al. Titanium Industry Progress*(钛工业进展)[J], 2017, 34(2): 8
- [9] Yang Y, Wu S Q, Li G P *et al. Acta Materialia*[J], 2010, 58(7): 2778
- [10] Yang Y, Li G P, Cheng G M *et al. Scripta Materialia*[J], 2008, 58(1): 9
- [11] Yang Y, Li G P, Cheng G M *et al. Applied Physics Letters*[J], 2009, 94(6): 1113.
- [12] Ahmed M, Wexler D, Casillas G *et al. Acta Materialia*[J], 2016, 104(1): 190
- [13] Xu Hengjun(徐恒钧). *Fundamentals of Materials Science*(材料科学基础)[M]. Beijing: Beijing University of Technology Press, 2001: 334
- [14] Yang Yi(杨 义). *Thesis for Doctorate*(博士学位论文)[D]. Shenyang: Chinese Academy of Sciences, 2009
- [15] Zhang Tinjie(张廷杰). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 1989, 18(4): 71
- [16] Bhattacharjee A, Varma V K, Kamat S V *et al. Metallurgical & Materials Transactions A*[J], 2006, 37(5): 1423
- [17] Paradkar A G, Kamat S V, Gogia A K *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2009, 520(1-2): 168
- [18] Zhang Hong(张 虹). *The Sixth National Symposium on Titanium and Titanium Alloys*(2)(第六届全国钛及钛合金学术交流会文集 2)[C]. Beijing: Atomic Energy Press, 1987: 212

Effect of Strain on Compression Mechanism of Ti-55531 Alloy at Room Temperature

Cai Jianhua^{1,2}, Mao Xiaonan^{1,2}, Xin Shewei², Zhou Wei², Li Qian², Zhao Yongqing²

(1. Northeastern University, Shenyang 110819, China)

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

Abstract: Based on metastable β titanium alloy Ti-55531, the structure of the sample was obtained by solution quenching above the β phase. Room temperature compression was performed using a Gleeble3800 thermal simulation test machine and a 6.3 MN forging simulator. OM, XRD and TEM were used to observe the deformed structures after different strains. The results show that the maximum compression of 30% room temperature true-stress and true-strain curve at the strain rate of 0.0005 s^{-1} is mainly divided into two stages that are elastic deformation stage and plastic deformation stage with obvious strain hardening stage. However, the maximum compression of 30% room temperature true-stress and true-strain curve at the strain rate of 0.1 s^{-1} is mainly divided into two stages that are elastic deformation stage and plastic deformation stage with flow softening instead of obvious strain hardening. Both of them do not have double yield phenomenon. The deformation structures have few differences at different strain rates of the same reduction. The deformation mechanism is dominated by slip. With the strain increasing, the dislocation density increases gradually and the dislocation tangles and shears appear. Strain induced martensite transformation occurs at the compression of 30% and the strain rate of 0.0005 and 0.1 s^{-1} . Strain induced martensite transformation is also found at the strain rate of 10 s^{-1} when the compression is 50% and 60%.

Key words: Ti-55531 alloy; compression at room temperature; deformation mechanisms

Corresponding author: Xin Shewei, Ph. D., Titanium Alloy Research Center, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, P. R. China, Tel: 0086-29-86231078, E-mail: nwpu_xsw@126.com