

# Ti555211 钛合金片层组织拉伸过程裂纹扩展的 SEM 原位观察

安震<sup>1</sup>, 李天麒<sup>1</sup>, 王琛<sup>1</sup>, 丁旭<sup>1</sup>, 谢辉<sup>1</sup>, 毛小南<sup>2</sup>, 张平祥<sup>2</sup>, 李金山<sup>3</sup>

(1. 西安航空学院, 陕西 西安 710077)

(2. 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

(3. 西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072)

**摘要:** 利用 SEM 原位拉伸实验, 研究了 Ti555211 钛合金片层组织的拉伸变形和断裂行为。结果表明: 在拉伸载荷作用下, 滑移带优先出现在与加载方向大于 45° 的片层组织上。在裂纹扩展过程中, 滑移带的密度均随着载荷的增加逐渐增大, 为沿片层和跨片层交叉断裂。原位拉伸试样断口分析表明, 韧性断裂是片层组织试样的主要断裂方式。试样断口存在明显剪切唇和大量断裂韧窝。SEM 原位拉伸实验分析方法能够对新型 Ti555211 近  $\beta$  钛合金的变形和断裂行为进行实时跟踪, 该方法的研究结果具有科学价值和参考意义。

**关键词:** Ti555211 钛合金; 片层组织; 近  $\beta$  钛合金; 原位观察

**中图分类号:** TG146.23

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1002-185X(2019)03-0853-06

Ti555211 钛合金是一种新型近  $\beta$  型航空钛合金, 其名义成分为 Ti-5.5Al-5Mo-5V-2Nb-1Fe-1Zr, 其设计目标是得到一种具有高强、高韧、高淬透、较好强塑性匹配和强韧性匹配的新型高强材料<sup>[1-3]</sup>。Ti555211 钛合金具有对偏析不太敏感、淬透性好、强度优异和断裂韧性较高等诸多优点。相比于 Ti-6Al-4V 等两相钛合金, 近  $\beta$  和亚稳  $\beta$  钛合金能表现出更好的淬透性, 并且可以通过时效处理达到更高的强度, 是先进高强高韧钛合金材料的重要发展方向<sup>[1]</sup>。

由文献[4~13]可知, 经固溶时效处理后, Ti555211 钛合金室温抗拉强度可达到 1300~1400 MPa, 伸长率可以达到 8%以上。通过 BASAC 热处理工艺(相变点以上固溶+时效), 可使 Ti555211 钛合金具有超过 90 MPa 以上的  $K_{IC}$  值, 具有较好的强塑性和强韧性匹配。相比同类型航空钛合金材料, 新型近  $\beta$  型 Ti555211 钛合金的综合性能相近或者更优越。综上所述, Ti555211 钛合金具有良好的市场前景和应用潜力。

SEM 原位拉伸实验是在扫描电镜的拉伸实验平台上, 原位拉伸试样在拉伸变形的同时, 能够对微观组织与裂纹的萌生与扩展进行动态观察和记录<sup>[14,15]</sup>。与传统扫描电镜的分析方法相比, 传统扫描电镜只能分析试样变形后的纵剖面, SEM 原位拉伸实验的分析方法能够对材料变形行为和断裂行为进行实时跟踪, 该方法更加

具有科学价值和参考意义<sup>[16-18]</sup>。

国内外相关研究学者对钛合金的断裂行为做了很多工作。Ti555211 钛合金作为一种新型近  $\beta$  型钛合金, 断裂行为尚未报道。本研究通过对具有片层组织的 Ti555211 合金试样进行 SEM 原位观察, 对微观组织中裂纹的萌生与扩展进行动态观察和记录, 研究 Ti555211 钛合金片层组织试样在拉伸变形过程中的断裂行为。为揭示断裂行为以及制定该合金加工工艺提供科学的理论依据。

## 1 实验

Ti555211 钛合金片层组织 SEM 原位观察实验材料为西北有色金属研究院提供  $\Phi 200$  mm 成品棒材。本研究采用金相法测定 Ti555211 钛合金的  $\beta$  转变温度为 875~880 °C; 原始的铸态晶粒通过在  $\beta$  相区锻造细化晶粒, 最终在两相区锻造成棒材。Ti555211 钛合金经过 890 °C 保温 2 h 后, 炉冷至 600 °C 保温 8 h, 空冷后, 通过  $\beta$  退火得到的微观组织如图 1 所示。从图 1 可以看出, 初生  $\alpha$  相完全消失, 次生  $\alpha$  相分布在  $\beta$  相中, 呈片层状, 属于典型片层组织结构。

SEM 原位拉伸实验是在室温下通过带有拉伸台的 SUPRA55 扫描电镜下进行。扫描电子显微镜的力学拉伸台最大承载量为 5 kN。根据扫描电镜拉伸平台

收稿日期: 2018-03-16

基金项目: 国家自然科学基金面上项目(51471136); 高等学校学科创新引智计划("111"计划)(B08040)

作者简介: 安震, 男, 1985 年生, 博士, 讲师, 西安航空学院材料工程学院, 陕西 西安 710077, E-mail: anzhen1016@163.com

的实际操作要求，试样尺寸如图 2 所示，采用线切割的方式从坯料上获得。为了便于跟踪裂纹的萌生与扩展，在原位拉伸试样侧面中心位置用线切割方式预置一个长度和宽度各约 1 mm 的缺口。

在 SEM 原位拉伸实验开始前，需要对原位拉伸实验的试样进行预先处理。首先，对原位拉伸试样的 2 个表面分别用水砂纸和各级金相砂纸进行逐级研磨，这是为了保证在加载过程中预置缺口开裂与裂纹扩展不受试样表面机械加工产生的缺陷影响。其次，将原位拉伸试样用 502 胶水固定，对原位拉伸试样表面进行抛光处理，之后用丙酮浸泡后将原位拉伸试样取下。最后，原位拉伸实验试样的表面采用 10 mL HF+20 mL HNO<sub>3</sub>+70 mL H<sub>2</sub>O 进行腐蚀。

原位拉伸实验采用控制位移的方式，位移速率恒定为 0.2 mm·min<sup>-1</sup>。在加载的过程中，载荷按照实际情况被适时停止，进行显微组织观察并记录和获取图片。

## 2 结果与分析

### 2.1 原位拉伸实验的应力-位移加载曲线分析

通过一定数量 SEM 原位拉伸实验的动态观察，可以了解具有初始片层组织 Ti555211 钛合金试样的典型裂纹萌生和扩展过程。图 3 是 Ti555211 钛合金原位

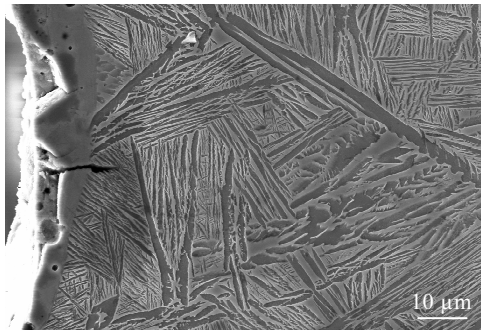


图 1 Ti555211 钛合金初始片层组织

Fig.1 Initial lamellar microstructure of Ti555211 alloy

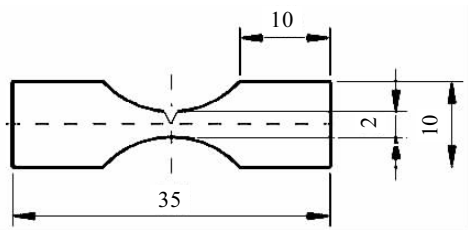


图 2 Ti555211 钛合金 SEM 原位拉伸试样的尺寸

Fig.2 Specimen size of in-situ tensile experiment of Ti555211 alloy

拉伸实验的应力-位移加载曲线。从图 3 可以看出，在 935 和 2025 N 时分别发生屈服和断裂。经测量，试样厚度为 1.00 mm，试样预置缺口处宽度 1.00 mm（不含缺口部分）。经计算，该合金的屈服应力约为 925 MPa，与在此热处理制度下的拉伸数据基本吻合。

### 2.2 Ti555211 钛合金片层组织 SEM 原位观察

为了便于观察裂纹的扩展，需要对试样预先人工加工缺口，如图 4 所示。线切割会留下微小裂纹和残余的金属层。预置缺口附近和拉伸过程中预置缺口附近应力容易集中的区域 Ti555211 钛合金显微组织如图 4 所示，预置缺口临近的微观组织与远离预置缺口的微观组织相比，预置缺口附近微观组织没有明显受到线切割的影响。试样内部组织中没有发现残余金属层中的微裂纹。因此，在拉伸过程中不会对初始裂纹的萌生产生影响<sup>[19,20]</sup>。

在 SEM 原位拉伸初期，即对应加载曲线上为 A 点附近，通过观察发现，预置缺口的应力集中区域处萌生微裂纹。如图 4 所示，预置缺口处微裂纹当微观组织中发生较为明显的滑移变形和片层滑动而萌生。微裂纹首先在预制缺口微小裂纹处产生，因为此处存在大量原始缺陷，并且容易产生应力集中，此时由于载荷较小，观察试样其他部分，尚未发现有滑移带出现。

当继续增大载荷位移时，对应加载曲线上为 B 点附近，即进入屈服阶段，通过二次电子像观察，预置缺口处由于应力集中所导致较大的变形，表现为更加密集的滑移带在试样预置缺口处附近的出现。图 5 是加载初期 Ti555211 钛合金片层组织原位拉伸实验预置缺口处的形貌变化。如图 5 所示，与加载方向接近 90°或者大于 45°的片层组织中聚集较多的滑移带，微小裂纹极易从这些较为密集的滑移带中萌生并发生扩展，片层组织试样在拉伸的过程中，滑移带在试样表

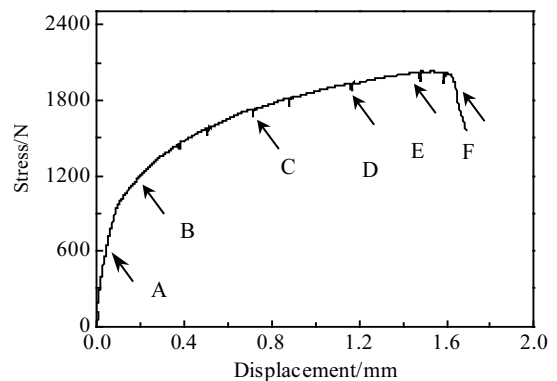


图 3 Ti555211 钛合金片层组织原位拉伸实验的应力-位移加载曲线

Fig.3 Stress-displacement curve for in-situ SEM tensile test of Ti555211 alloy with lamellar structure at 25 °C

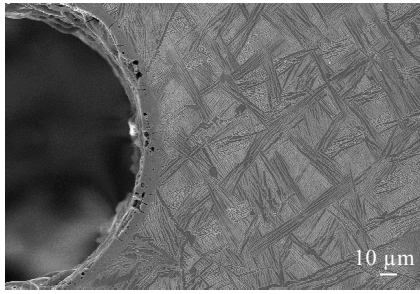


图 4 预置缺口处的表面形貌

Fig.4 Microstructure of prefabricated notch

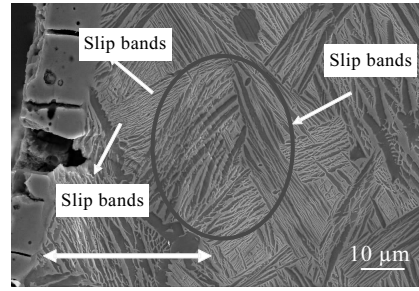


图 6 Ti555211 钛合金片层组织原位拉伸实验中的滑移现象

Fig.6 Phenomenon of sliding in in-situ tensile test of Ti555211 alloy with lamellar structure

面上出现的规律如图 6 所示。从图 6 可以看出, 当片层组织与载荷方向所呈角度较小时, 该区域的滑移带数量较少, 在片层组织与加载方向接近平行的片层组织中, 基本没有滑移带的出现。

当载荷增加到加载曲线上为 C-D 点附近并且继续增大时, 微裂纹在扩展的过程中, 当沿着界面扩展遇到横向的片层组织阻碍时, 在裂尖附近, 微裂纹裂尖在运动过程中产生的位错塞积于  $\alpha$  相/ $\beta$  相界面上, 产生拉应力并作用于裂纹尖端附近的片层组织, 在裂尖的作用力和位错塞积力合力的作用下, 微孔洞在  $\alpha$  相/ $\beta$  相片层中萌生, 微裂纹实现跨片层扩展是通过微小孔聚合的方式进行, 如图 7 所示。在裂纹扩展的过程中还发现, 微裂纹在不同方向的片层组织界面处较为容易萌生, 并发生进一步扩展, 如图 8a 所示, 原位拉伸试样预置缺口在加载的过程中, 主裂纹优先选择由于变形产生不同方向片层组织间的微小裂纹作为扩展路径。试样表面产生不规则的台阶, 这是由于剧烈滑移造成的, 在二次电子像下表现为明显的白色条纹。

当载荷继续增加, 对应加载曲线上 E 点附近主裂纹在扩展的前方区域, 如图 8b 所示, 在试样预置缺口附近的内部组织中次级裂纹容易沿着  $\alpha$  相/ $\beta$  相片层萌生, 从主裂纹扩展的前端锯齿状形貌可知, 主裂纹沿着裂纹尖端的微小孔洞和相互连接的次级裂纹方向进行扩展, 主裂纹扩展速度加快归因于在内部组织中的次级裂纹的形成。Ti555211 钛合金的片层组织存在较为明显的原始晶界, 通过扫描电镜的观察, 原始晶界与裂纹扩展的关系, 通常以需要能量最少为优先选择的扩展路径。在随后的加载过程中, 试样发生断裂。

通过对 Ti555211 钛合金片层组织的原位拉伸实验观察, 微裂纹可以发现有以下双重作用: 首先, 微裂纹的萌生可以增加主裂纹的扩展速度, 减少对主裂纹的阻碍作用, 并为其扩展提供能量较低的扩展路径; 其次, 裂纹尖端应力应变场被微裂纹的存在而改变, 最大作用力因此移离裂尖, 使得裂纹在扩展的过程中尖端受力下降, 提高了材料的断裂韧性。另外, 原位拉伸实验观察中发现, 组织中不同取向的  $\alpha$  片层同样起到双重作用, 首先, 微裂纹可以在具有不同取向片

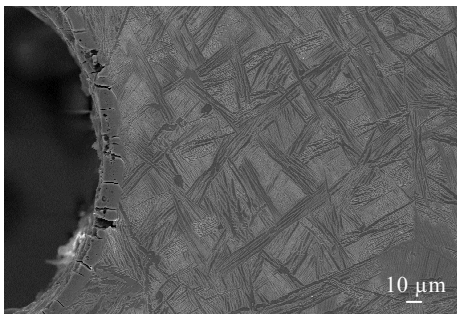


图 5 加载初期Ti555211钛合金片层组织原位拉伸实验预置缺口处的形貌变化

Fig.5 Crack change in pre-notch area for residual metal alloy of Ti555211 with lamellar structure at the initial loading

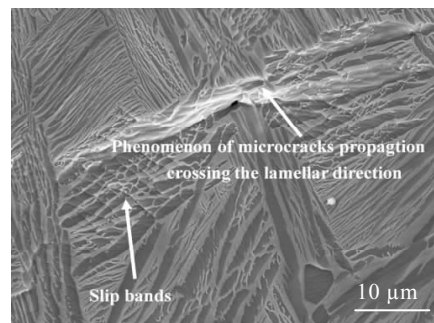


图 7 Ti555211 钛合金片层组织微裂纹跨片层扩展现象

Fig.7 Microcrack propagation of Ti555211 alloy with lamellar structure crossing the lamellar direction

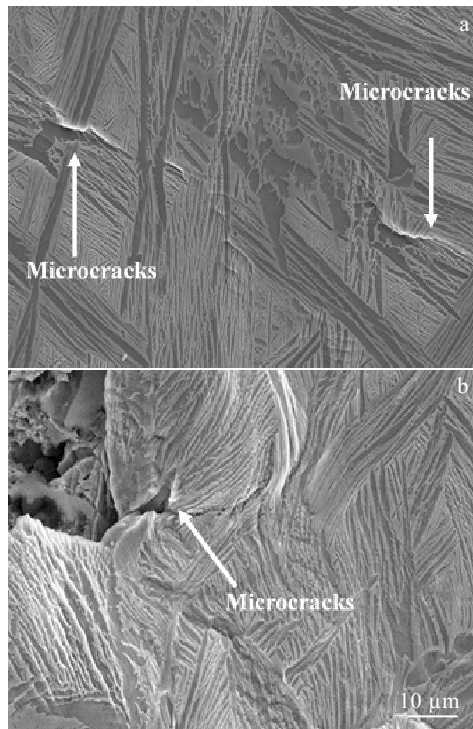


图 8 Ti555211 钛合金片层组织在不同的生长方向交界处萌生的微小裂纹  
 Fig.8 Microcrack initiation at lamellar microstructure (different growth directions) of Ti555211 alloy: (a) the region away from the main crack and (b) the area in front the crack tip

层的界面处萌生；其次，裂纹扩展在具有不同取向片层上受到的阻力不一样，与裂纹尖端几乎呈 90° 的片层可以使得裂尖发生钝化现象，阻碍裂纹的扩展行为，从而提高了材料的断裂韧性。

Ti555211 钛合金片层组织拉伸断裂基本过程如图 9 所示。可以看出分为 5 个阶段：第 1 阶段，预制缺口处出现明显变形；第 2 阶段，预置缺口处应力集中区域出现剪切滑移断裂；第 3 阶段，裂纹发生扩展；第 4 阶段，主裂纹与裂尖前端裂纹相互贯通，导致裂纹继续扩展；第 5 阶段，试样发生失稳断裂。

### 2.3 Ti555211 钛合金片层组织 SEM 原位拉伸实验断口分析

如图 10 所示，以一定角度观察原位拉伸实验试样断口形貌，可以发现片状组织中含有弱化的 α 晶界和较大的集束尺寸，微裂纹更加容易沿着 α 晶界发生扩展，粗大的 β 晶粒又阻碍着裂纹的扩展，致使裂纹的扩展路径变得非常扭曲，材料的韧性得以提升，即片状组织的韧性是以扭曲的裂纹路径为主导的。

图 11 是 Ti555211 钛合金片层组织原位拉伸试样整体断口的宏观形貌。从图 11 可以看出，宏观断口形貌上呈暗灰色、纤维状、且无金属光泽，存在两条明显的剪切唇，说明韧性较好。图 12 是对应图 11 中 Ti555211 钛合金不同位置片层组织原位拉伸试样断口微观形貌，整体断口上分布着大量而密集的韧窝，没有明显的滑移造成的平坦的滑移区，以韧窝断裂为主。图 12a 是预置裂纹附近的断口形貌。图 12b 是 Ti555211

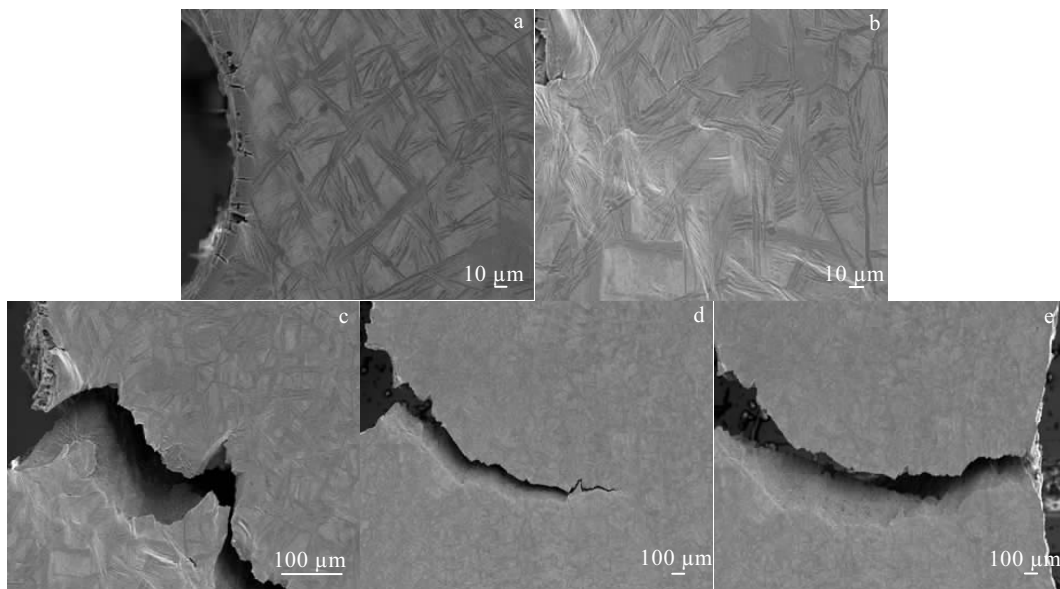


图 9 Ti555211 钛合金片层组织原位拉伸试样的断裂过程  
 Fig.9 Basic fracture process of in-situ tensile test specimen of Ti555211 alloy with lamellar structure: (a) stage I , (b) stage II , (c) stage III, (d) stage IV, and (e) stage V

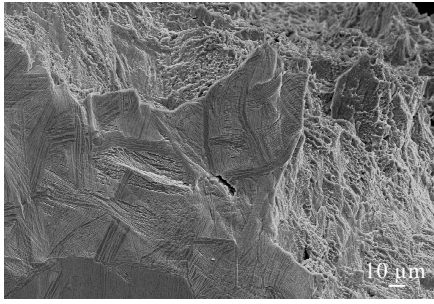


图10 Ti555211钛合金原位拉伸片层组织试样主裂纹附近的断口形貌

Fig.10 Fracture morphology near main crack fracture of in-situ tensile test specimens of Ti555211 alloy with lamellar structure

钛合金片层组织原位拉伸试样中部的微观形貌。图12c是剪切唇处的微观形貌。从图12a、12b和12c可以看出,片层组织原位拉伸试样断口上分布着大量而密集的韧窝,属于韧性断裂。

图13是Ti555211钛合金片层组织原位拉伸试样韧

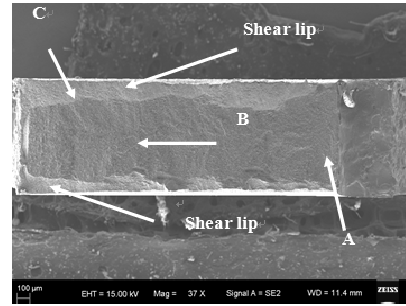


图 11 Ti555211 钛合金片层组织原位拉伸试样的断口形貌  
Fig.11 Fracture morphology of in-situ tensile test specimen of Ti555211 alloy with lamellar structure

窝内壁的微观形貌照片。从图 13 可以看出,整体上凹坑呈韧窝状,其底部光滑且圆润,存在微小空洞,凹坑的棱边较为锐利。几乎不存在由于滑移造成的平坦滑移区,模糊的蛇形滑动花样和延伸区特征在较大韧窝内壁上出现,可以看出滑移面留有模糊的滑移花样,位于较大韧窝的外围内壁上的较小韧窝被拉长。

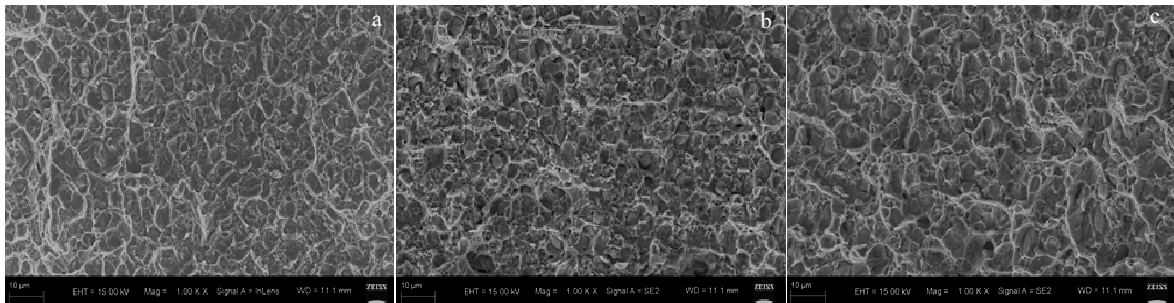


图12 对应图11中Ti555211钛合金片层组织原位拉伸试样不同位置断口微观形貌

Fig.12 Fracture morphologies of corresponding different positions in-situ tensile test specimen of Ti555211 alloy with lamellar structure in Fig.11: (a) position A, (b) position B, and (c) position C

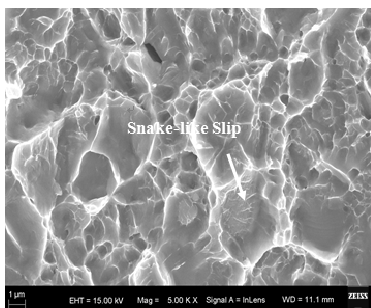


图13 Ti555211钛合金片层组织原位拉伸试样韧窝内壁上的蛇形滑移

Fig.13 Snake-like slip on the inner wall of dimples of in-situ tensile test specimen of Ti555211 alloy with lamellar structure

### 3 结 论

1) Ti555211 钛合金片层组织试样的断裂方式属于沿片层和跨片层交叉断裂。

2) Ti555211 钛合金片层组织滑移带优先出现在与加载方向接近 90°或者大于 45°的片层组织上,并且逐渐变密。裂纹优先在 αβ 相片层之间或具有不同生长取向的片层交界附近进行扩展,片层之间在载荷的作用下发生开裂现象,这会影响到跨片层断裂行为,片状组织中含有弱化的 α 晶界和较大的集束尺寸,微裂纹更加容易沿着 α 晶界发生扩展,粗大的 β 晶粒又阻碍着裂纹的扩展,致使裂纹的扩展路径变的非常扭曲,

材料的韧性得以提高。

3) 韧性断裂是具有初始片层组织Ti555211钛合金主要室温断裂方式。片层组织试样中存在两条较为明显的剪切唇, 不存在由于剪切滑移造成的平坦面。片层组织试样上可以发现模糊的蛇形滑动花样和延伸区特征在较大韧窝内壁上出现。

#### 参考文献 References

- [1] An Z, Li J, Feng Y *et al.* *High Temperature Materials and Processes*[J], 2016, 35(9): 913
- [2] Lu K. *Science*[J], 2010, 328(5976): 319
- [3] Cai Jun(蔡 军), Li Fuguo(李付国). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2011, 40(5): 778
- [4] Fanning J C. *Journal of Materials Engineering and Performance*[J], 2005, 14(6): 788
- [5] Xu Feng(徐 锋), Ji Bo(计 波), Zhu Yipan(朱益潘) *et al.* *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2010, 20(S1): 100
- [6] Dikovits M, Poletti C, Warchomicka F. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2014, 45(3): 1586
- [7] Wang X, Liu J, Lei J *et al.* *Acta Metall Sinica*[J], 2007, 43(11): 1129
- [8] Yang Yulan(羊玉兰), Wang Weiqi(王伟琪), Ma Baojun(马宝军), *et al.* *Rare Metals Letters*(稀有金属快报)[J], 2007, 26(3): 32
- [9] Wang Q, Zhang Q, Chen Y *et al.* *Journal of Materials Engineering*[J], 1996 (12): 16
- [10] Zhao Yongqing(赵永庆), Qu Henglei(曲恒雷), Feng Liang(冯 亮) *et al.* *Titanium Industry Progress*(钛工业进展)[J], 2004, 21(1): 22
- [11] Ma Yingjie(马英杰), Wang Dingchun(王鼎春), Wang Hongwu(王红武) *et al.* *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2010, 20(1): 414
- [12] He Shulin(何书林), Lei Xiaojun(雷小军), Wang Xiaoxiang(王小翔) *et al.* *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2010, 20(S1): 20
- [13] Zhang Wangfeng(张旺峰), Cao Chunxiao(曹春晓), Li Xingwu(李兴无) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2005, 34(4): 549
- [14] Zhang W J, Song X Y, Hui S X *et al.* *Materials & Design*[J], 2017, 116: 638
- [15] Shao H, Zhao Y, Ge P *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2013, 559: 515
- [16] Hémerly S, Nizou P, Villechaise P. *Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 709: 277
- [17] Xu W, Brandt M, Sun S *et al.* *Acta Materialia*[J], 2015, 85: 74
- [18] Boyer R R, Briggs R D. *Journal of Materials Engineering and Performance*[J], 2005, 14(6): 681
- [19] Lonardelli I, Gey N, Wenk H *et al.* *Acta Materialia*[J], 2007, 55(17): 5718
- [20] Zhang W, Liu Y. *International Journal of Fatigue*[J], 2012, 42: 14

## In-situ SEM Observations on Tensile Deformation Behavior of Ti555211 Titanium Alloy with Lamellar Structure

An Zhen<sup>1</sup>, Li Tianqi<sup>1</sup>, Wang Chen<sup>1</sup>, Ding Xv<sup>1</sup>, Xie Hui<sup>1</sup>, Mao Xiaonan<sup>2</sup>, Zhang Pingxiang<sup>2</sup>, Li Jinshan<sup>3</sup>

(1. Xi'an Aeronautical University, Xi'an 710077, China)

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

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

**Abstract:** The tensile deformation and fracture behavior of Ti555211 alloy were investigated by in-situ SEM tensile tests. The results show that the slip bands are given priority within the lamellar structure with the tensile loading direction larger than 45° for the Ti555211 alloy with initial lamellar structure. The cracks propagate from the corners of the indentation both across and along the lamellar directions for the alloy with initial lamellar directions. Moreover, as the crack propagates, the slip bands become dense. The main fracture mode of the lamellar samples is ductile fracture. The Ti555211 alloy shows different fracture morphologies. For the alloy with initial lamellar structure, visible shear lips and a number of dimples are observed in the fracture. The deformation and fracture behavior of the near-β titanium alloy of Ti555211 can be tracked by the SEM in-situ tensile test method in real time. The results of this method are scientific and informative.

**Key words:** Ti555211 titanium alloy; lamellar structure; near β titanium; in-situ SEM observations

Corresponding author: An Zhen, Ph. D., Lecturer, School of Materials Engineering, Xi'an Aeronautical University, Xi'an 710077, P. R. China, E-mail: anzhen1016@163.com