

再结晶退火温度对大塑性热变形 Ti-6Al-4V 合金 微观组织与力学性能的影响

孙 皓^{1,2,3}, 梁益龙^{1,2,3}, 张雄菲^{1,2,3}, 李 伟^{1,2,3}, 杨 明^{1,2,3}

(1. 贵州大学, 贵州 贵阳 550025)

(2. 贵州省材料结构与强度重点实验室, 贵州 贵阳 550025)

(3. 高性能金属结构材料与制造技术国家地方联合工程实验室, 贵州 贵阳 550025)

摘 要: 将 Ti-6Al-4V 双相钛合金加热至 $\alpha+\beta$ 相区, 利用墩拔方式进行大塑性热变形, 然后将其置于不同的温度下进行再结晶保温热处理。结果表明: 材料经形变热处理后, 晶粒转变为细小的等轴 α 晶粒以及条状 $\alpha+\beta$ 组织, 随再结晶退火温度的升高, 等轴 α 晶粒逐渐长大, 条状 $\alpha+\beta$ 组织也逐渐变大, 发生再结晶晶粒的体积分数增加, 小角度晶界所占比例减小。800 °C 再结晶后延伸率和断面收缩率高达 19.9% 及 42.5%, 材料的综合力学性能则随再结晶温度的升高呈下降趋势, 原因归结于晶粒的粗化及晶粒的均匀性变差。

关键词: Ti-6Al-4V 钛合金; 再结晶温度; 微观组织; 力学性能

中图分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)09-3015-07

双相 Ti-6Al-4V 合金是目前应用最为广泛的钛合金, 大约占市场一半以上。这主要是由于其优良的机械性能: 较高的强度, 疲劳强度及断裂韧性。而其机械性能又决定于其微观组织结构^[1]。应用形变结合热处理的方法可以有效的改变合金的微观组织, 例如完全的马氏体组织^[2], 等轴的 $\alpha+\beta$ 组织^[3], 双相结构^[4], 片状 $\alpha+\beta$ 组织^[5]。上述 4 种组织结构中, 等轴的 $\alpha+\beta$ 组织具有较好的塑性, 较高的疲劳强度, 以及较好的高温成形性。文献[6]利用热轧的方式细化 Ti-6Al-4V 晶粒, 反复轧制累积变形大, 晶粒细化效果明显, 晶粒可以细化至数百纳米, 并得到等轴状态的 α 及 β 晶粒。但是通过热轧的方式显著细化 Ti-6Al-4V 晶粒会形成织构, 导致大部分晶粒取向分布的择优性, 造成材料性能的各向异性。由于板材轧制表面及中心应变不一致, 表面应变要大于中心应变, 形成从表面到心部尺寸变化的晶粒^[7]。通常材料通过轧制的方式进行塑性变形后, 为了得到较好的力学性能, 材料厚度方向的尺寸受限, 一般材料的尺寸较小。利用热锻造的工艺可以显著细化材料的晶粒^[8], 一般经多向锻造细化的 Ti-6Al-4V 晶粒为等轴状的亚微米尺度的细小晶粒, 并且晶粒较均匀, 无显著的各向异性, 综合力学性能也较好。通过 β 相区或高温 $\alpha+\beta$ 相区热变形加后续的热处理细化晶粒伴随着再结晶的过程^[9,10]。再结

晶处理温度、时间、冷却速率都将影响到材料的微观组织和力学性能^[11,12]。因此, 本实验研究 Ti-6Al-4V 钛合金 $\alpha+\beta$ 双相区大塑性变形及后续热处理对其微观组织及力学性能的影响, 研究不同的再结晶温度影响微观组织及力学性能机制。

1 实验

试验所用材料为棒料直径 54 mm 真空自耗电弧熔炼 Ti-6Al-4V 合金, 化学成分列于表 1 中, 将材料加热至 950 °C 保温 1 h 立即进行墩拔处理, 墩拔至直径 30 mm, 立即进行淬火处理。将终锻后的棒材加工成板状拉伸试样, 板状拉伸试样平行段尺寸为 2 mm×4 mm×1.5 mm。利用 DIL805A/D 相变仪将试样分别加热至 800, 900, 950 °C, 加热时间均为 1 min, 保温 20 min, 然后以 20 °C/s 的速度冷却至室温。

利用配有 EBSD 探头的场发射扫描电镜 (蔡司 Supra 40) 对热处理后的微观组织进行表征, 初始组织及热处理后组织 EBSD 采集过程中步长分别为 1

表 1 Ti-6Al-4V 化学成分

Table 1 Chemical composition of Ti-6Al-4V (wt%)

Ti	V	Al	C	Si	Cr	Zr	Pd
Bal.	4.226	5.926	0.011	0.024	0.0017	0.020	0.013

收稿日期: 2018-09-10

基金项目: 贵州省科技重大专项 (黔科合[2014]6013)

作者简介: 孙 皓, 男, 1986 年生, 博士生, 贵州大学材料与冶金学院, 贵州 贵阳 550025, E-mail: 276282638@qq.com

及 0.15 μm，利用 HKL Channel 5 软件进行数据后处理分析。在用 EBSD 表征微观组织和硬度分布前，利用水砂纸将样品研磨至 5000#，先进行机械抛光，然后将样品置于振动抛光机中抛光 12 h，以去除表面部分残余应力，从而得到更高解析率的 EBSD 图。进行 SEM 观察形貌前，利用 HF:HNO₃:H₂O=1:3:7 比例的腐蚀液腐蚀试验材料表面。利用 FEI 公司的 Tecnai G2F20 S-TWIN(200KV)场发射透射电子显微镜观察显微组织结构。采用 MTS 电液伺服材料试验机对板状拉伸样进行单轴拉伸试验，拉伸速度为 0.5 mm/min，从而获得材料的力学性能。

2 结果与分析

2.1 微观组织

图 1 为初始 Ti-6Al-4V 钛合金显微组织。 α 相分别呈针状，片状，等轴状， β 相分布于 α 相的界面处，由 EBSD 分析识别 α 相约占 99.4%， β 相约占 0.6%。图 2a、2b、2c 分别为经墩拔再经 800，900，950 °C 热处理后的 SEM 照片，图 2d 为 800 °C 再结晶退火后的 TEM 照片。图 3a、3b、3c 分别为所对应的 EBSD 组织。

从图 2a 及图 3a 可以看出，经过墩拔及 800 °C 再结晶退火热处理后，初始 Ti-6Al-4V 钛合金晶粒明显细化， α 晶粒平均直径为 1.98 μm，条状 α 相（二次 α 相）平均宽度为 0.20 μm，EBSD 结果显示 α 相体积分

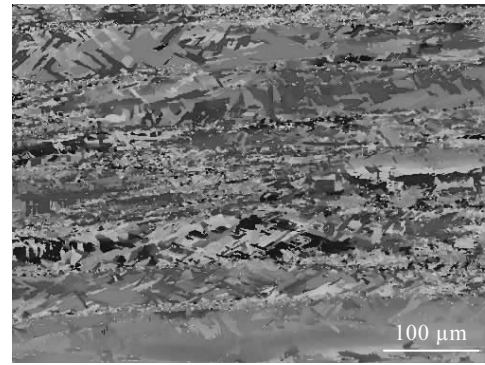


图 1 初始 Ti-6Al-4V 合金的显微组织

Fig.1 Initial microstructure of Ti-6Al-4V alloy

数为 99.97%， β 相的体积分数为 0.03%。经过 900 °C 再结晶处理后，如图 2b 和图 3b 所示， α 晶粒发生长大，等轴 α 晶粒之间条状 α 与 β 组织清晰可见，此时 α 等轴晶粒平均直径为 3.89 μm，条状 α 相平均宽度增加到 0.34 μm， α 相体积分数为 99.81%， β 相的体积分数为 0.19%。而经过 950 °C 再结晶热处理后，如图 2c 和 3c 所示，等轴 α 晶粒将进一步长大，等轴 α 晶粒之间的条状 α 与 β 组织进一步粗化，此时等轴 α 晶粒的平均直径为 6.44 μm，条状 α 相宽度增长到 0.52 μm， α 相体积分数为 99.56%， β 相的体积分数为 0.43%。表 2 所示为 3 种不同再结晶温度处理后等轴 α 相及条状 α 相尺寸及等轴 α 晶粒直径与条状 α 宽度的比值。

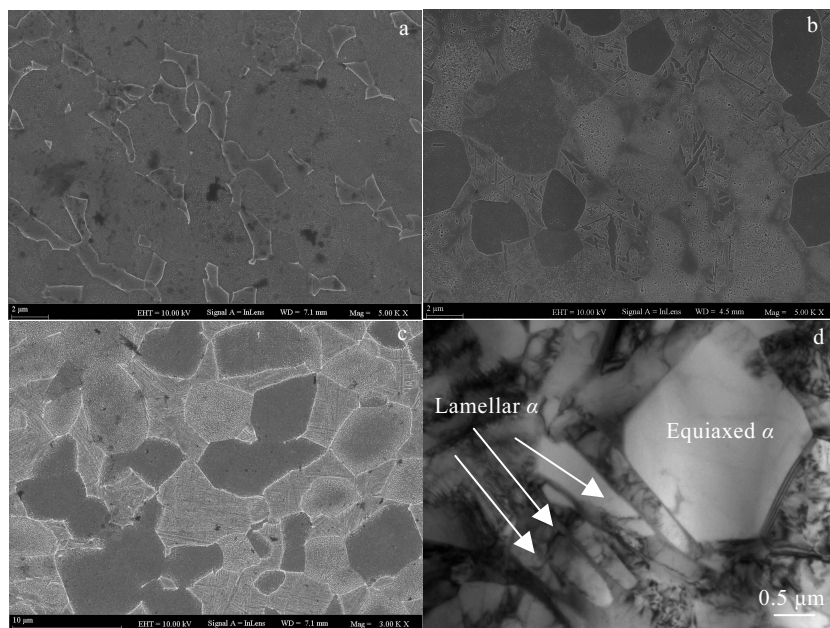


图 2 不同再结晶温度退火处理后材料的 SEM 及 TEM 照片

Fig.2 Microstructure of Ti-6Al-4V alloy after recrystallization annealing: (a) 800 °C, SEM; (b) 900 °C, SEM; (c) 950 °C, SEM; (d) 800 °C, TEM

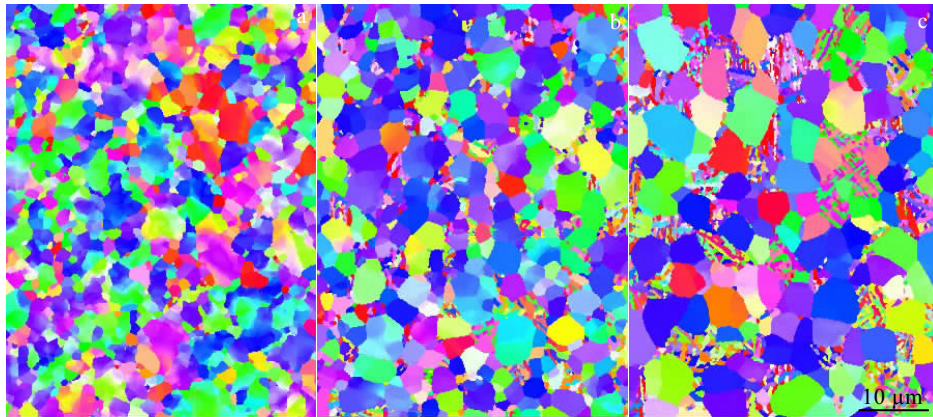


图 3 不同再结晶温度退火处理后材料的 EBSD 组织

Fig.3 EBSD microstructures of Ti-6Al-4V alloy after recrystallization annealing at different temperatures: (a) 800 °C, (b) 900 °C, and (c) 950 °C

表 2 不同再结晶温度处理后等轴 α 及条状 α 尺寸

Table 2 Equiaxed and lamellar α size of Ti-6Al-4V after recrystallization annealing at different temperatures

Temperature/°C	Equiaxed, α size/ μm	Lamellar, α size/ μm	Diameter/width
800	1.98	0.20	9.90
900	3.89	0.34	11.44
950	6.44	0.52	12.38

文献[13,14]中报道了铝合金大角度 ($15^\circ\sim 180^\circ$) 晶界及小角度 ($2^\circ\sim 15^\circ$) 晶界的变化与其再结晶行为有关。图 4 所示为不同再结晶退火温度热处理后取向角差分布。如图 4a, 4b, 4c 所示, 3 种再结晶温度下取向差 2° 左右存在明显的峰值, 峰值各自所占比例约为 52%, 41%, 39%, 峰值比例依次减小, 800 到 900 减少幅度最大, 900 到 950 °C 减小幅度较小。同

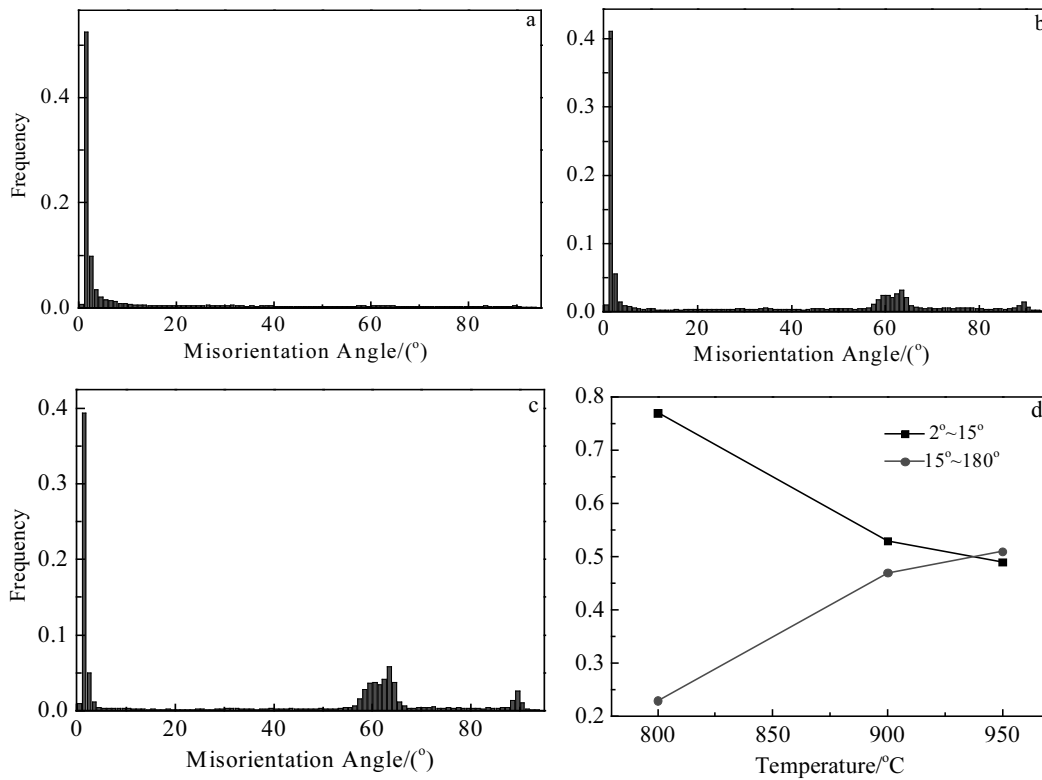


图 4 不同温度下 Ti-6Al-4V 取向角差分布及大小角度界面随再结晶退火温度变化

Fig.4 Distribution (a~c) and the variation of misorientation angle (d) for Ti-6Al-4V alloy after recrystallization annealing: (a) 800 °C, (b) 900 °C, and (c) 950 °C

时不同再结晶退火温度处理后再结晶体积分数依次为 16.9%，41.1%，51.4%，再结晶体积分数的变化幅度与 2°左右取向差峰值变化幅度相似。与 800 °C 再结晶不同的是，经过 900 °C 再结晶处理后，取向差为 60°及 90°左右存在峰值，这是由于随再结晶退火温度的升高，细小的 α 晶粒逐渐长大并且逐步转化为 β 相， β 相在等温过程中保持等轴结构，随后冷却过程中转变为新的二次 α 相，由母相 β 相而形成的二次 α 相存在不同的变体，变体与变体之间以 60°左右和 90°左右的居多^[5]。图 4d 所示为 3 种不同温度大小角变化规律，随再结晶温度的升高小角度界面所占比例逐渐减小，大角度界面所占比例逐渐升高。800 °C 时，小角度晶界占 77%，900 °C 再结晶后，小角度晶界迅速降到 53%，继续升高温度到 950 °C，小角度晶界所占比例仅为 49%。此变化规律与前述讨论的取向差为 2°左右峰值变化规律及再结晶体积分数变化规律一致。

由以上数据可以说明：(1) 再结晶过程中，原等轴晶粒内部发生回复，再结晶过程，位错密度减小，导致小角度晶界的所占比例的减小。(2) 部分细小 α 相晶粒逐步转化为 β 晶粒，高温保温后并冷却后转化为条状 α 相，条与条 α 相之间形成大角度界面，导致大角度晶界所占比例增加。

2.2 再结晶组织

图 5a、5b、5c 分别为经过 800，900，950 °C 再结晶退火热处理后再结晶组织分布图，再结晶部分、亚结构及变形晶粒分别用蓝色、黄色、红色表示。晶粒内部最小取向角差 (θ_c) 小于 1°表示亚晶粒，如果晶粒内部取向差大于 θ_c ，则该晶粒被定义为变形晶粒。由一些亚晶粒构成的晶粒，并且晶粒内部取向差小于 θ_c ，而亚晶粒与亚晶粒之间的取向差大于 θ_c ，这种晶粒属于亚结构，其余的晶粒被划分为再结晶晶粒。图

6 所示为各不同再结晶退火温度下合金中微观结构的分数。经 800 °C 再结晶退火热处理后，再结晶部分仅占 16.9%，亚结构占 30%，变形晶粒占 53.1%。经 900 °C 再结晶热处理后，再结晶部分占 41.1%，亚结构占 42.3%，变形晶粒占 16.6%。经 950 °C 再结晶热处理后，再结晶部分占 51.4%，亚结构占 26%，变形晶粒占 22.6%。升高温度将促进再结晶过程，这是由于随着温度的升高，原先形变等轴晶粒内部由于储存了畸变能，位错发生重排，等轴晶粒内部平均畸变变小，进而晶粒内部平均取向差变小，另一方面，再结晶过程是能量平衡过程，由于晶粒取向差增大导致能量在不同方向平衡，导致再结晶晶粒所占分数增加。亚结构所占分数呈先增后减趋势，变形晶粒呈先减后增的趋势，950 °C 再结晶热处理后变形晶粒所占分数要大于 900 °C，比较图 5b，5c，变形晶粒的增加是由于原先细小的条状 α 相和 β 相长大造成的。图 7 所示为不同再结晶温度处理后 α 晶粒尺寸与再结晶体积分数的关系，再结晶体积分数与 α 相晶粒尺寸符合良好的线性关系，线性关系等式为： $R=104-123d^{0.5}$ ，其中 R 表示再结晶体积分数， d 表示晶粒直径。由此线性等式充分说明：原等轴 α 晶粒内部发生强烈的回复和再结晶过程，是直接导致再结晶体积分数增加的原因。

2.3 力学性能

初始 Ti-6Al-4V 合金在后续再结晶加热过程中已经转变为晶粒细化的等轴组织，再结晶晶粒的体积分数逐渐增加，同时再结晶晶粒中位错密度逐渐减小。根据 Hollomon 及 Jaffe 公式^[15]：

$$t_0 = t \exp(-Q'/RT) \tag{1}$$

或者

$$Q' = 2.3RT (\log t - \log t_0) \tag{2}$$

式中， t 表示时间， T 表示温度， Q' 表示表观激活能， R

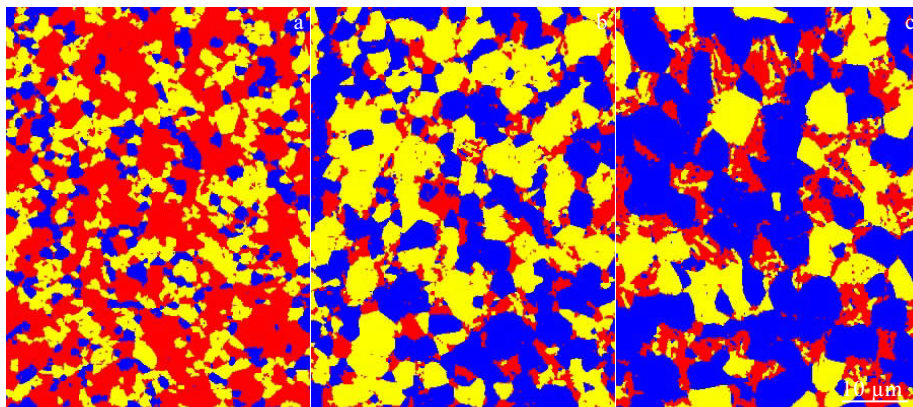


图 5 不同再结晶温度下 Ti-6Al-4V 合金亚结构分布

Fig.5 Sub-structure distribution of Ti-6Al-4V alloy after recrystallization at different annealing temperatures: (a) 800 °C, (b) 900 °C, and (c) 950 °C

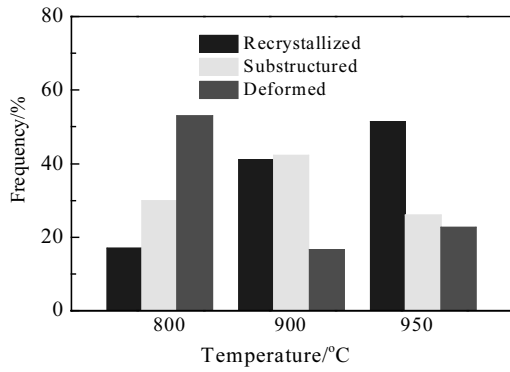


图 6 不同再结晶退火温度下合金中微观结构分数

Fig.6 Frequency of microstructures in Ti-6Al-4V alloy after recrystallization annealing at different temperatures

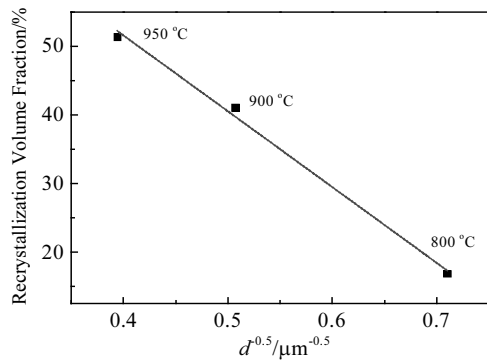


图 7 不同再结晶温度下晶粒尺寸与再结晶体积分数关系

Fig.7 Relationship between grain size and recrystallization volume fraction of Ti-6Al-4V after recrystallization at different temperatures

表示气体常数。Hollomon 及 Jaffe 指出时效硬度 H 是时效参数的函数，即 $H = f(p)$ ，而 P 又可以表示为：

$$p = T(\log t + C) \tag{3}$$

$C = -\log t_0$ 为 Hollomon-Jaffe 常数，常数 C 取决于材料的成分及状态，通过线性拟合硬度及温度和时间关系得到常数 $C=13$ （如图 8 所示）。

图 9 所示为 3 种不同温度处理后合金应力应变曲线，表 3 为所对应的力学性能数据。材料经 3 种不同温度处理后都表现出良好的塑性。800 °C 的延伸率和断面收缩率达到 19.9%和 42.5%。与 800 °C 相比，900 °C 断后延伸率高达 20.1%，断面收缩率达 50.6%。而 950 °C 再结晶后延伸率和断面收缩率均有所下降。800 °C 再结晶后屈服强度和抗拉强度都要高于 900 及 950 °C，文

献[16]中研究人员利用抗拉强度与断后延伸率的乘积衡量材料的力学性能。再结晶温度为 800 °C 时， $R_m \times \epsilon$ 值最大，随温度升高递减。因此 800 °C 再结晶后力学性能较优异。

不同再结晶温度处理后 Ti-6Al-4V 合金随温度升高综合力学性能呈下降趋势，屈服强度呈下降趋势，屈服强度下降可由经典的霍尔佩奇关系解释：

$$\sigma_s = \sigma_0 + kd^{-0.5} \tag{4}$$

式中， σ_s 为屈服强度， σ_0 为晶粒内晶格摩擦阻力， k 为常数， d 为晶粒平均尺寸。虽然本试验 Ti-6Al-4V 合

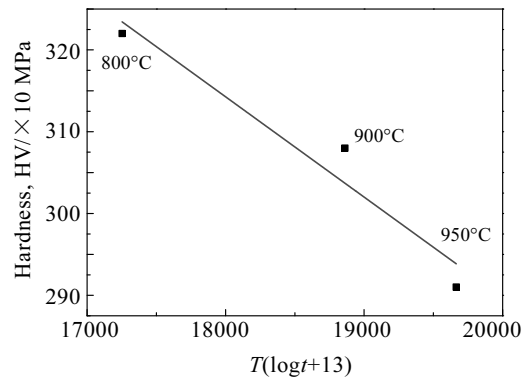


图 8 不同再结晶退火温度下硬度与时效参数关系

Fig.8 Relationship between hardness and annealing parameter of Ti-6Al-4V alloy after recrystallization annealing at different temperatures

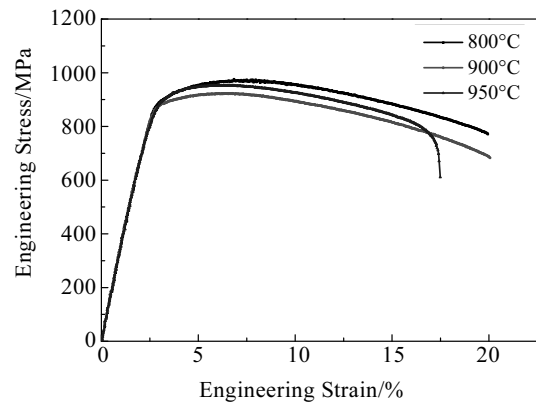


图 9 不同再结晶温度拉伸工程应力应变曲线

Fig.9 Tensile engineering strain-stress curves of Ti-6Al-4V alloy after recrystallization annealing at different temperatures

表 3 不同再结晶温度处理后 Ti-6Al-4V 合金力学性能

Table 3 Mechanical properties of Ti-6Al-4V alloy after recrystallization annealing at different temperatures

Temperature / °C	Hardness, HV / MPa	$R_{p0.2}$ / MPa	R_m / MPa	ϵ / %	ψ / %	$R_m \times \epsilon$ / MPa%
800	3220	857	976	19.9	42.5	19422.4
900	3080	843	923	20.1	50.6	18552.3
950	2910	814	953	17.5	30.6	16677.5

金不同再结晶温度处理后晶粒尺寸与屈服强度不呈线性关系(图 10), 但随再结晶温度的升高, 等轴 α 晶粒尺寸及条状尺寸都在增大, 图 10a 所示为等轴 α 晶粒尺寸(d_α)与屈服强度之间的关系, 图 10b 为条状 α 尺寸(d_l)与屈服强度之间的关系, 图 10c 为等轴 α 尺寸与条 α 径宽尺寸(d_α/d_l)比值与屈服强度的关系, 以上 3 图有相似的线性特征, 充分说明材料强度取决于微观结构的尺寸, 即等轴 α 及条状 α 尺度越细小, 强度就越高。而合金塑性则基本上呈下降趋势, 但塑性都较好, 900 $^\circ\text{C}$ 塑性比 800 $^\circ\text{C}$ 略有所提高, 而 950 $^\circ\text{C}$ 有所下降。由表 2 及图 10c 数据可知, 径宽比呈增大趋势, 径宽比可以评价材料晶粒的均匀程度, 径宽比越小, 晶粒越均匀。材料在塑性变形过程中, 滑移或孪生首先在施密特因子较大的滑移系中开动, 在一些晶粒大小尺度

不一的材料中则可能首先产生在较大晶粒中, 而一些过小的晶粒中可能不会过早产生塑性变形, 当晶界塞积较多位错后, 应力也难以释放可能导致较早断裂, 所以宏观上体现出强度与塑性的同时降低。

2.4 断口形貌

图 11a、11b、11c 分别为 800, 900, 950 $^\circ\text{C}$ 再结晶拉伸断裂后断口宏观形貌, 图 11a、11b、11c 宏观上都表现出材料塑性断裂特征, 但图 11a 及图 11b 纤维区更为灰暗, 图 11c 纤维区较平坦, 图 11a 及图 11b 断裂上下表面发生明显塑性变形, 并形成一定的挠度, 图 11b 上下表面挠度要大于图 11a, 800 与 900 $^\circ\text{C}$ 再结晶后宏观断口特征表明发生整体塑性变形更大, 因此宏观上表现出良好的塑性。

图 11d、11e、11f 分别为所对应的高倍形貌, 其

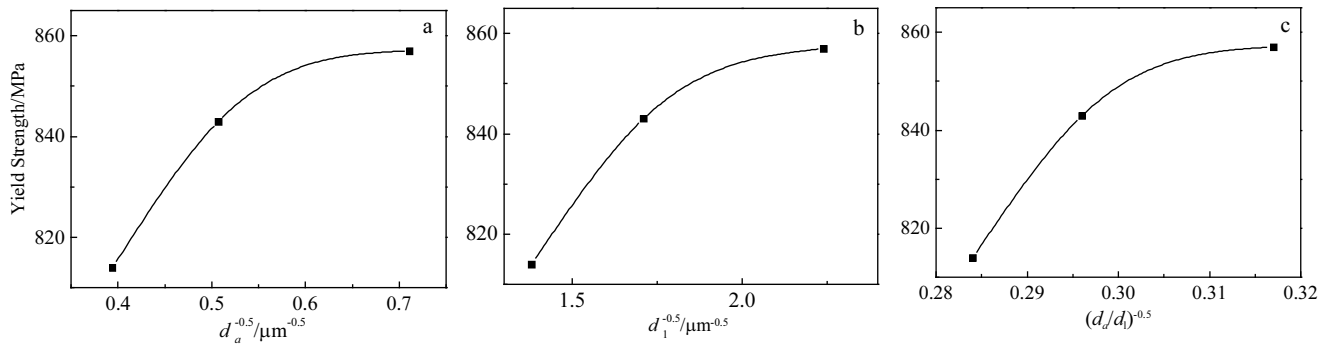


图 10 等轴 α 及条 α 尺寸与屈服强度关系

Fig.10 Relationship between equiaxed or lamellar α size and yield strength

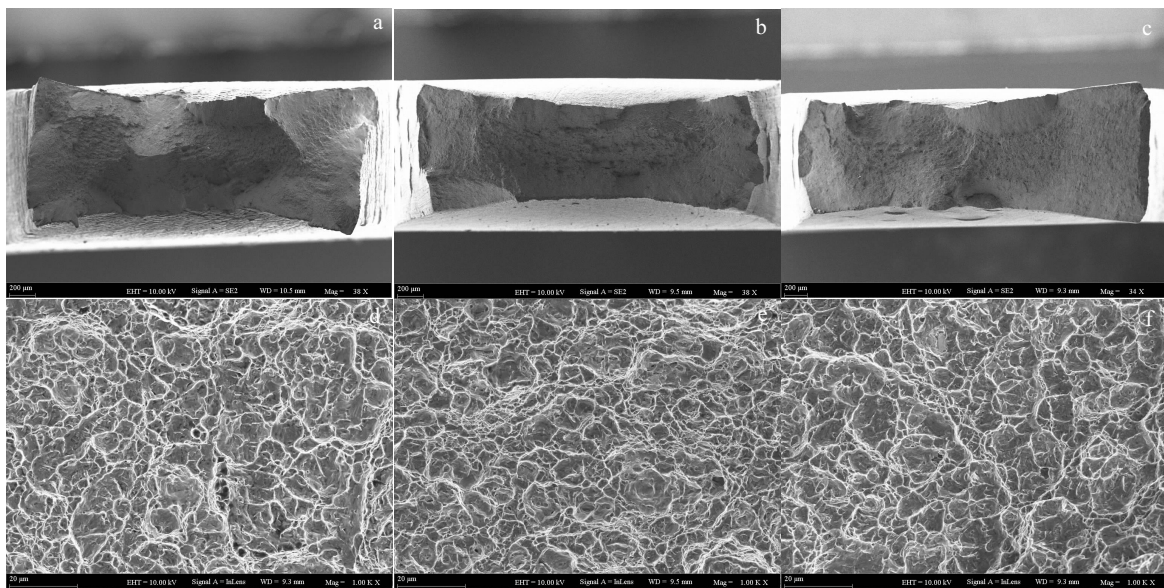


图 11 再结晶退火处理后的 Ti-6Al-4V 合金拉伸断口形貌

Fig.11 Fracture surface of Ti-6Al-4V alloy after recrystallization annealing at different temperatures: (a, d) 800 $^\circ\text{C}$, (b, e) 900 $^\circ\text{C}$, (c, f) 950 $^\circ\text{C}$

高倍形貌也都体现出塑性断裂特性, 微观形貌为典型的韧窝, 800 与 900 °C 下韧窝深度较深, 而 950 °C 韧窝较浅, 韧窝中存在部分准解理形貌特征。

3 结 论

1) 材料经形变热处理后, 晶粒转变为细小的等轴 α 晶粒以及条状 $\alpha+\beta$ 组织, 随再结晶温度的升高, 等轴 α 晶粒逐渐长大, 条状 $\alpha+\beta$ 组织也逐渐变大, 小角度晶界所占比例减小。

2) 随再结晶温度升高, 发生再结晶晶粒的体积分数在增加, 发生再结晶的晶粒体积分数与等轴晶粒尺度呈线性关系。

3) 800 °C 再结晶后延伸率和断面收缩率高达 19.9% 及 42.5%, 材料的综合力学性能则随再结晶温度的升高呈下降趋势, 原因归结于组织的均匀性变差。

参考文献 References

- [1] Valiev R Z, Estrin Y, Horita Z *et al.* *Journal of Plasticity Engineering* [J], 2016, 68(4): 1216
- [2] Yang J, Yu H, Yin J *et al.* *Materials & Design*[J], 2016, 108: 308
- [3] Chao Q, Cizek P, Wang J *et al.* *Materials Science & Engineering A*[J], 2016, 650: 404
- [4] Hiroaki Matsumoto, Hiroshi Yoneda, Kazuhisa Sato *et al.* *Materials Science & Engineering A*[J], 2011, 528(3): 1512
- [5] Beladi H, Chao Q, Rohrer G S. *Acta Materialia*[J], 2014, 80: 478
- [6] Murty S V S N, Nayan N, Kumar P *et al.* *Materials Science & Engineering A*[J], 2014, 589(2): 174
- [7] Li Jianping(李建平), Liu Zhenguang(刘珍光), Li Jing(李 晶). *Rare Metal Materials & Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2016, 45(5): 1168
- [8] Zhang Z X, Qu S J, Feng A H *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 692: 127
- [9] Wang K L, Fu M W, Lu S Q *et al.* *Materials & Design*[J], 2011, 32(3): 1283
- [10] Ouyang D L, Fu M W, Lu S Q. *Materials Science & Engineering A*[J], 2014, 619: 26
- [11] Zhu S, Yang H, Guo L G *et al.* *Materials Characterization*[J], 2012, 70: 101
- [12] Shi Z F, Guo H Z, Han J Y *et al.* *Transactions of Nonferrous Metal Society of China*[J], 2013, 23(10): 2882
- [13] Deng Y, Xu G, Yin Z *et al.* *Journal of Alloys & Compounds*[J], 2013, 580(12): 412
- [14] Singh V, Prasad K S, Gokhale A A. *Scripta Materialia*[J], 2004, 50(6): 903
- [15] Hollomon J H, Jaffe L D. *Trans AIME*[J], 1945, 162: 223
- [16] Chao Q, Hodgson P D, Beladi H. *Materials Science & Engineering A*[J], 2017, 694: 13

Effect of Recrystallization Annealing Temperatures on Microstructures and Mechanical Properties of Severe Plastic Thermo-Deformation Processed Ti-6Al-4V Alloy

Sun Hao^{1,2,3}, Liang Yilong^{1,2,3}, Zhang Xiongfei^{1,2,3}, Li Wei^{1,2,3}, Yang Ming^{1,2,3}

(1. Guizhou University, Guiyang 550025, China)

(2. Guizhou Key Laboratory for Mechanical Behavior and Microstructure of Materials, Guiyang 550025, China)

(3. National & Local Joint Engineering Laboratory for High-performance Metal Structure Material and Advanced Manufacturing Technology, Guiyang 550025, China)

Abstract: Ti-6Al-4V alloy was thermo-forged in $\alpha+\beta$ two phase region, and then recrystallized at three different temperatures. The results show that the initial microstructures are fully transformed into fine equiaxed α grains and lamellar $\alpha+\beta$, which are gradually coarsened with increasing the recrystallization annealing temperature. Meanwhile, the relative fraction of recrystallization grains is also increased while low angle boundaries show a converse trend. The total elongation and area reduction reach up to 19.9% and 42.5%, respectively, for the sample processed at 800 °C. The mechanical properties gradually decrease with the elevated temperature which is attributed to coarse and inhomogeneous grains.

Key words: Ti-6Al-4V alloy; recrystallization temperature; microstructures; mechanical properties

Corresponding author: Liang Yilong, Ph. D., Professor, College of Materials and Metallurgy, Guizhou University, Guiyang 550025, P. R. China, Tel: 0086-851-84734606, E-mail: liangyilong@126.com