

针状 Ti-55511 合金热变形及后续退火过程中组织演变及其力学性能

陈 维¹, 吕亚平², 张晓泳¹, 陈 超¹, 周科朝¹

(1. 中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 湖南 长沙 410083)

(2. 湖南金天钛业科技有限公司, 湖南 常德 410007)

摘 要: 对针状 Ti-55511 近 β 钛合金进行 750 °C 热轧和 600 °C/1 h 退火, 研究合金在热轧及退火中组织演变及力学性能。结果表明, 热轧时, 针片 α 相将发生动态再结晶 (DRX), 与 β 相的 Burgers 取向关系 (Burgers orientation relationship) 发生破坏, 进而形成细小的等轴 α 相, 使合金强度及塑性提高。后续退火过程中, α 相通过静态再结晶 (SRX) 进一步发生球化和长大, 次生 α 相析出, β 相发生再结晶, 合金的强度提高, 塑性降低。在变形初期, 针片 α 相内产生 2 种孪晶变体 (交叉状孪晶), 随着 α 相球化程度增加, α 相内将产生 3 种孪晶变体 (针状孪晶)。在后续退火过程中, 这些孪晶将逐渐缩短, 进而分解消失, 表现在退火样品中 α 晶粒内存在纳米级孪晶 (孪晶缩短) 与层错 (孪晶分解)。

关键词: 针片状近 β 钛合金; 组织演变; 力学性能; 孪晶变体; 层错

中图分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)03-0897-04

近 β 钛合金, 如 Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe (Ti-55511), 具有高的比强度、韧性及疲劳强度等优势, 被广泛用于制造航空领域的大型承力构件^[1-4], 如起落架和连接件等。两相 Ti-55511 合金是由体心立方结构 (bcc) 的 β 相与密排六方结构 (hcp) 的 α 相组成。通过不同的热加工工艺, 可以很好的调控 α 相与 β 相的含量、尺寸、形貌和分布, 进而形成针片状、等轴状、或是双态组织^[5,6]。不同微观组织会获得独特的性能, 针片状组织虽然具有较高的疲劳特性, 强度也比较高, 但是存在明显的各向异性^[7], 塑性也较差; 等轴组织有相对较高的塑性, 但是其强度与抗疲劳性能不佳; 双态组织虽然兼具较高的强度及塑性, 但要获得最佳的综合性能, 比较困难。

近年来, 利用大塑性变形获得等轴组织、在后续热处理中析出细小的针片状 α 相, 形成的双态组织具有强度高、塑性好等优点^[4,8-10]。具体来说, 变形过程中产生的等轴 α 相 (晶粒细化), 使得合金的强度和塑性提高, 而退火中针片状 α 相的析出, 进一步增强合金的强度。常见的大塑性变形手段有如热轧、热压缩^[11]、高压扭转^[12]等。相比之下, 热轧具有过程简单, 容易控制, 能耗小等特点, 常被用作钛合金的变形手段。热轧成为获取细小等轴组织的一种最为有效的方法, 它利用针片状 α 相在温度与外加应力的双重作用

下发生动态再结晶 (DRX), 形成细小的再结晶晶粒。有研究证明^[13], α 相破碎是由位错结构演化引起连续动态再结晶、形成大角度 α 亚晶界, 进而通过 β 切入 α 亚晶界形成的。变形前, 针片状 α 相与 β 基体之间符合 Burgers 取向关系: 即 $(110)_\beta // (0001)_\alpha$, $[1\bar{1}1]_\beta // [11\bar{2}0]_\alpha$ ^[14], 在变形初期, α 相内位错滑移和塞积, 产生小角度晶界, 并且在 α/β 界面产生一对凹槽, 随着变形的进一步增加, 凹槽不断深入导致 α 相破碎^[15]。除了位错结构演化之外, 孪晶与相变是另外 2 种十分重要的形变机制^[4,16]。Chen 等人^[4]通过研究双态 Ti-55511 合金热变形行为, 发现孪晶在塑性变形过程中起着重要作用, 如分割晶粒, 使材料硬度提高 (Basinski 机制)^[17], 另外孪生区域的畸变能促进马氏体相的形核 (Olson-Cohen 模型)^[18]。

本研究通过 SEM、EBSD 和 TEM 等手段研究了针片状 Ti-55511 合金热轧变形及退火过程中的组织演变及力学性能变化, 探讨了热加工过程对 α/β 界面处亚结构形成, 及破碎行为的影响机制。

1 实 验

本实验原材料是由湖南金天钛业科技有限公司提供的 Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe 合金锻棒, 其化学成分为 (质量分数, %): 5.16 Al、4.92 Mo、4.96 V、1.10 Cr、

收稿日期: 2019-03-15

基金项目: 国家重点研发项目 (2018YFB0704100); 国家自然科学基金 (51871242)

作者简介: 陈 维, 男, 1992 年生, 博士, 中南大学粉末冶金国家重点实验室, 湖南 长沙 410083, E-mail: 143111047@csu.edu.cn

0.98 Fe、Ti(余量), β 转变温度为(875±5) °C^[19]。初始锻态组织经固溶时效处理后得到针片 α 组织, 具体工艺流程如下: (1) 920 °C 固溶处理 15 min, 水冷至室温; (2) 750 °C 时效 120 min, 水冷至室温。将针片 α 组织的试样放入马弗炉中, 在 750 °C 保温 30 min, 然后在 LO-500 型轧机上进行单向轧制实验, 其总压下量为 80% (15 mm→3 mm), 单道次压下量为 10%。为保持轧制温度不变, 每经过一次轧制回炉保温 5 min。最后一次轧制后进行水淬处理, 随后对终态轧制样品在 600 °C 进行后续退火 60 min。

利用配备 HKL-EBSD 处理系统的 TESCAN MAIA3 型扫描电子显微镜进行晶粒形貌、晶格取向和微观织构观察。利用 Titan G2 60-300 透射电子显微镜对 TEM 样品进行显微组织观察。TEM 样品制备过程如下: 首先机械减薄至 80 μm , 然后在双喷电解仪 (ASTM 192) 上进行双喷减薄至穿孔, 其中温度为 -25 °C, 电压为 23 V, 双喷液配方为: 300 mL CH_3OH + 175 mL $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{OH}$ + 25 mL HClO_4 。采用 Instron 3369 拉伸试验机单向拉伸试验, 拉伸速度为 1 mm/min。为避免随机误差, 每种拉伸样品均测试 3 次, 取抗拉强度和延伸率的平均值。

2 结果与讨论

2.1 变形前初始组织

图 1 是针状 Ti-55511 合金的初始组织, 其中每种颜色代表一种晶格取向。可以看到: 针片 α 晶粒至少有 7 种晶格取向, 均匀弥散分布在单一取向的 β 基体中, 不同的片层之间互成 60° 夹角。这是由于 α 相从 β 基体析出时有 12 种变体, 符合特定的 Burgers 取向关系: $(110)_\beta // (0001)_\alpha$, $[1\bar{1}1]_\beta // [11\bar{2}0]_\alpha$ ^[14]。这种存在明显取向的初始组织会产生较强的织构, 例如 α 相在 {0001} 面的织构强度为 35.76, β 相在 {110} 面的织构强度为 20.3。

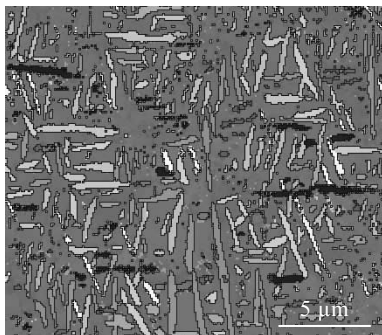


图 1 针状 Ti-55511 合金的初始组织

Fig.1 Initial microstructure of lamellar Ti-55511 alloy

2.2 变形及退火后组织

图 2 是针状 Ti-55511 合金在 750 °C 经 80% 压下量轧制后的显微组织, 其中 2a 为热轧后的晶粒分布图, 图 2b 为对应的大小角度晶界分布图 (黑色: 大角度晶界, 绿色: 小角度晶界)。从图 2a 可以看出, 所有针片 α 晶粒基本上发生破碎, 或者说发生动态再结晶。这其中一部分是以大角度晶界分割的相邻晶粒, 其余部分是单独的等轴再结晶晶粒, 等轴晶粒的比例与再结晶程度有关。值得注意的是: 少量等轴再结晶晶粒的尺寸较大, 这可能是由于细小的再结晶晶粒发生长大所致。从图 2b 中可以看出, β 基体内仅存在小角度晶界, 基本不存在大角度晶界。这表明在热轧过程中, β 相难以发生动态再结晶。热轧使得针片 α 相晶格发生旋转, 与 β 基体 Burgers 取向关系发生破坏, 织构强度明显降低, 从 35.76 降低至 23.56。

图 3 是针状 Ti-55511 合金经过 750 °C 轧制和 600 °C 退火后的显微组织, 其中图 3a 是退火后的晶粒分布图, 3b 为对应的大小角度晶界图。从图 3a 可以看出: 经过 600 °C/1 h 退火后, β 基体内产生了许多区别于再结晶晶粒的细小 α 相, 导致 α 相的总含量增多。这是由于 600 °C 退火温度距 β 转变点较远, 有足够驱动力从 β 基体中析出次生 α 相, 它们与基体之间也符合 Burgers 取向关系。同时, 许多 α 相再结晶晶粒发生奥斯瓦尔德球化、长大, 并且, 在退火过程中 α 相内产生了许多大角度晶界, 这说明后续退火 α 相进一步发生再结晶, 这一过程也称为静态再结晶 (Static recrystallization, SRX)。除此之外, 从图 3b 中可以看出, 对比于图 2b, β 基体中产生了许多大角度晶界, 这说明后续退火有利于 β 相发生再结晶, 产生细小的 β 再结晶晶粒。

2.3 力学性能

图 4 是针状 Ti-55511 合金初始组织、热轧后以及

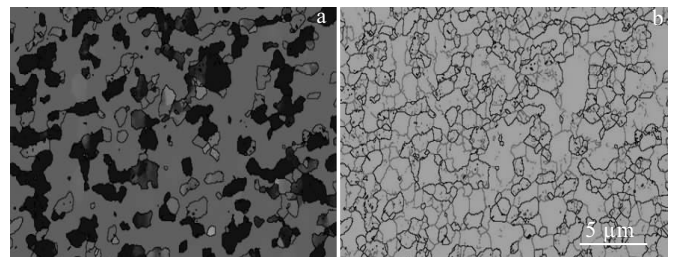


图 2 针状 Ti-55511 合金热轧后的显微组织

Fig.2 Microstructures of lamellar Ti-55511 alloy after hot rolling: (a) grain distribution; (b) high (misorientation angle > 15°, black) and low (2° < misorientation angle < 15°, green) angle grain boundaries (HAGBs and LAGBs)

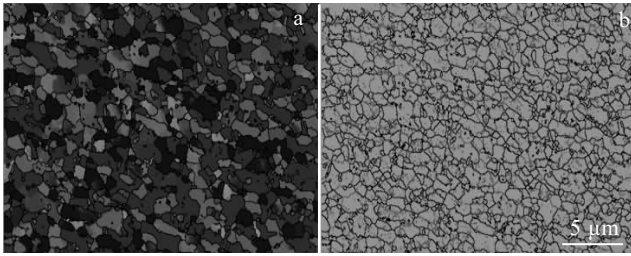


图 3 针状 Ti-55511 合金在热轧和退火后的显微组织

Fig.3 Microstructures of lamellar Ti-55511 alloy after annealing: (a) grain distribution and (b) HAGBs and LAGBs

退火后样品的力学性能对比,其中 4a 是抗拉强度对比图,4b 是延伸率对比图。从图中分别看出:针状组织经热轧和退火后,抗拉强度连续增大(初始:1040 MPa,热轧后:1116 MPa,退火后:1213 MPa),延伸率先显著增加随后降低(初始:13.1%,热轧后:29.6%,退火后:18.5%)。抗拉强度不断增加主要来源于有 2 个方面:(1) 热轧中针片 α 相发生动态再结晶,晶粒尺寸减小;(2) 退火中残余初生 α 相发生奥斯瓦尔德球化和次生细小 α 相从 β 基体中析出,导致 α 相总含量增加。热轧后细晶组织不仅提高强度,同时会显著提高塑性,造成延伸率显著增加,然而后续退火使得 β 基体中析出次生 α 相,大量新晶界有利于裂纹萌生,造成延伸率显著降低。

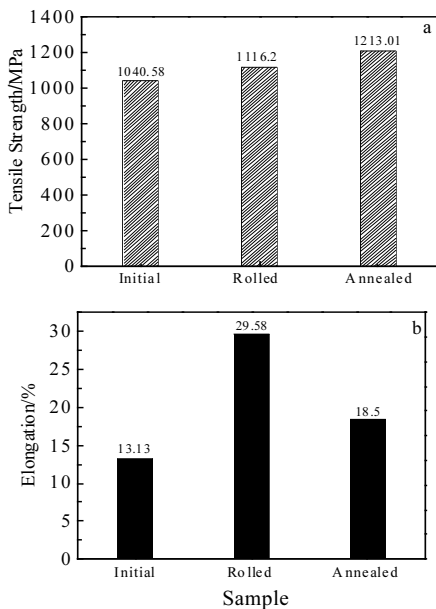


图 4 针状 Ti-55511 合金经热轧和退火后的力学性能

Fig.4 Mechanical properties of lamellar Ti-55511 alloy after hot rolling and annealing: (a) average tensile strength and (b) elongation

2.4 热轧及退火中孪晶演变

由上述微观组织观察可知:轧制后,针状 α 会发生动态再结晶而破碎球化,在后续退火过程中, β 基体中会析出次生 α 相。为了进一步研究 α 相在热轧及退火中的组织演变,对热轧及退火样品进行了 TEM 组织观察,如图 5 所示。图 5a 为热轧后 TEM 照片。能明显看出大部分针片 α 相已经发生破碎球化,在完全破碎球化的 α 相的晶粒内部存在针状孪晶。通过之前的工作可知^[4],这种针状孪晶是由 3 种孪晶变体组成。在还没有发生破碎分离的晶粒内部,孪晶的形貌呈现出交叉状,它们是由 2 种孪晶变体组成。由此推断出:晶粒的球化程度影响孪晶的产生。图 5b 为退火后组织样品 TEM 照片,与图 5a 相比, α 晶内的孪晶基本消失,并且在 β 基体内析出了较多的次生针状 α 相。

图 6 是针片 Ti-55511 合金在退火后的高分辨 TEM 照片。其中图 6a 为纳米级孪晶,图 6b 为堆垛层错。通过 HRTEM 分析,原本存在的大量孪晶是随着退火过程中应力集中状态的减弱(释放)而逐步消失了。详细的说,孪晶尺寸由 μm 级别(图 5a)缩小至 nm 级别(图 6a),此时孪晶的尺寸约是 20 nm 。从图 6b

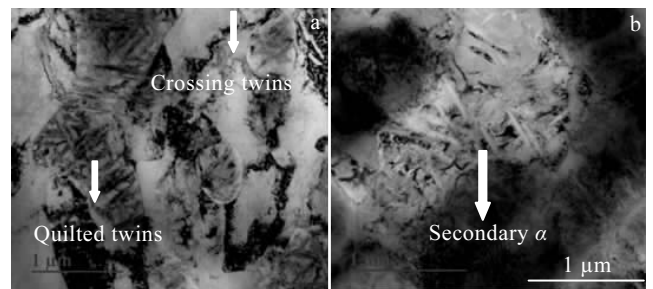


图 5 Ti-55511 合金的 TEM 照片

Fig.5 TEM images of Ti-55511 alloy: (a) after hot-rolling and (b) after annealing

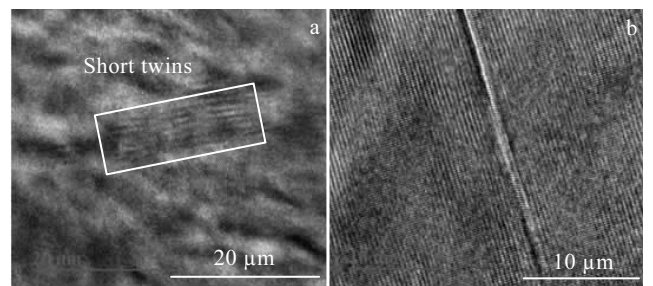


图 6 针片 Ti-55511 合金在退火后的高分辨 TEM 照片

Fig.6 HRTEM images of lamellar Ti-55511 alloy after annealing: (a) nano-scale short-twin and (b) stacking fault

可以看到, 在 α 晶粒内部发现许多细小的层错。许多文献已经证实^[20], 在孪晶的边界(孪晶界)存在许多层错, 并且孪晶的产生与大量不全位错及全位错的滑移有关。因此不难推出, 这些层错可能是由孪晶分解而来。综上可知: 孪晶在变形过程中由应力集中而产生, 退火过程中由应力释放而逐渐消失。

3 结 论

1) 热轧使初始组织中符合 Burgers 取向关系的针片状 α 相发生动态再结晶, 破碎球化为等轴状 α 相。因此热轧组织相比于针片组织具有更高的强度及延伸率。 β 相的再结晶主要发生在后续退火过程中, 在热轧中不发生再结晶。另外, 在退火过程中, 次生 α 的析出会提高材料的强度, 降低材料的延伸率。

2) 孪晶变体的数量与 α 相的球化程度有关, 变形初期, 在 α 晶内产生 2 种孪晶变体(交叉状孪晶), 随着 α 相球化程度增加, α 相内将产生 3 种孪晶变体(针状孪晶)。

3) 孪晶会在退火过程中逐渐分解, 因此在退火样品中 α 相内存在远小于热轧后孪晶尺寸的纳米级孪晶(缩短), 以及分解之后的层错。

参考文献 References

- [1] Boyer R R. *Materials Science and Engineering A*[J], 1996, 213(1-2): 103
- [2] Banerjee D, Williams J C. *Acta Materialia*[J], 2013, 61(3): 844
- [3] Boyer R R, Briggs R D. *Journal of Materials Engineering and Performance*[J], 2005, 14(6): 681
- [4] Chen Wei, Li Chao, Zhang Xiaoyong *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2019, 783: 709

- [5] Semiatin S L, Seetharaman V, Weiss I. *JOM*[J], 1997, 49(6): 33
- [6] Lütjering G, Williams J C. *Engineering Materials and Processes-Titanium*[M]. Berlin: Springer, 2007
- [7] Zhang Xiaoyong, Mei Yaping, Lv Yaping *et al. Metals*[J], 2018, 8(11): 904
- [8] Matsumoto H, Kitamura M, Li Y *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 611: 337
- [9] Zhilyaev A P, Langdon T G. *Progress in Materials Science*[J], 2008, 53(6): 893
- [10] Valiev R Z, Islamgaliev R K. *Progress in Materials Science* [J], 2000, 45(2): 103
- [11] Huang L J, Geng L, Li A B *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2008, 489(1-2): 330
- [12] Tóth L S, Arzaghi M, *Scripta Materialia*[J], 2009, 60(3): 175
- [13] Li L, Li M Q, Luo J, *Acta Materialia*[J], 2015, 94: 36
- [14] Barrett C S, Massalski T B. *Structure of Metals*[M]. New York: McGraw-Hill, 1966
- [15] Li Shaojun(李少君), Lv Yaping(吕亚平), Zhang Xiaoyong (张晓泳) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2018, 47(11): 3353
- [16] Chen Wei, Chen Chao, Zi Xuhui *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2018, 726: 240
- [17] Basinski Z S, Szczerba M S, Niewczas M. *Revue de Metallurgie*[J], 1997, 94(9): 1037
- [18] Olson G B, Cohen M. *Metallurgical Transactions A*[J], 1975, 6(4): 791
- [19] Li Chao, Zhang Xiaoyong, Zhou Kechao *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2012, 558: 668
- [20] Liebig J P, Krauß S, Göken M *et al. Acta Materialia*[J], 2018, 154: 261

Microstructure Evolution and Mechanical Properties of Lamellar Ti-55511 Alloy During Hot Rolling and Annealing

Chen Wei¹, Lv Yaping², Zhang Xiaoyong¹, Chen Chao¹, Zhou Kechao¹

(1. State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China)

(2. Hunan Goldsky Titanium Industry Technology Co., Ltd, Changde 410007, China)

Abstract: 750 °C hot rolling and subsequent 600 °C/1 h annealing was conducted on lamellar Ti-55511 near-beta Ti alloy to investigate the microstructure evolution and mechanical properties. The results show that the Burgers orientation relationship between α and β phase is broken down owing to dynamic recrystallization (DRX) of lamellar α phase during hot deformation, forming fine and equiaxed α plates, which leads to the increase of the tensile strength and elongation. During annealing, secondary α grains are precipitated from β matrix, resulting in higher strength but lower elongation. Meanwhile, further spheroidization and growth of α phase happen via static recrystallization (SRX) during annealing. The recrystallization of β phase only happens in subsequent annealing rather than in hot rolling. At the beginning of the deformation, two twin variants can be found in lamellar α phase. With an increase of deformation, three twin variants are formed in α phase. The nano-scaled twins and stacking fault are formed resulting from twins decomposing during annealing.

Key words: lamellar near-beta Ti alloy; microstructure evolution; mechanical properties; twin variant; stacking fault

Corresponding author: Zhang Xiaoyong, Ph. D., State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, P. R. China, Tel: 0086-731-88836264, E-mail: zhangxiaoyong@csu.edu.cn