

# 冷变形 TB3 合金二次时效后低周疲劳行为的研究

宋振亚<sup>1,2</sup>, 张临财<sup>3</sup>, 郭啸栋<sup>3</sup>, 孙巧艳<sup>2</sup>, 肖林<sup>2</sup>, 孙军<sup>2</sup>

(1. 绍兴文理学院, 浙江 绍兴 312000)

(2. 西安交通大学 金属材料强度国家重点实验室, 陕西 西安 710049)

(3. 淮阴工学院, 江苏 淮安 223003)

**摘要:** 对于经过冷变形的固溶态 Ti-10Mo-8V-1Fe-3.5Al (TB3) 合金, 透射电子显微镜 (TEM) 观察结果表明: 其内部冷变形产生的高密度位错在常规时效后依然大量存在, 这将导致合金材料力学性能的劣化。针对此问题, 本实验研究了一种二次时效工艺, 在常规时效基础上增加了短时间高温时效阶段。TEM 观察结果表明, 二次时效工艺处理后, 合金内部位错密度大幅降低, 与此同时时效析出的  $\alpha$  片出现了变体选择效应。对经过冷变形及二次时效工艺处理后的 TB3 合金试样 (SA 试样) 和未变形的常规峰值时效状态试样 (FA 试样) 进行低周轴向拉压疲劳测试结果表明: 在总应变幅低于 0.01 时, SA 试样疲劳寿命稍高; 总应变幅高于 0.01 时, FA 试样疲劳寿命稍高。另外, 对低周疲劳测试后的试样 TEM 观察结果表明: (1) 位错滑移是该合金低周疲劳过程中的主要变形方式; (2) 低周疲劳产生的位错条带结构在 FA 试样中较宽且不连续, 而在 SA 试样中细小均匀。

**关键词:**  $\beta$  钛合金; 预变形; 二次时效; 低周疲劳行为; 变体选择效应

中图分类号: TG166.5

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2014)02-0435-05

钛合金具有强度高、密度低、抗腐蚀等优异性能, 因而在航空航天、海洋资源开发、医用矫形植入体和钻井设备等领域有着广泛的应用<sup>[1-3]</sup>。对于航空紧固件的制造而言, 使用  $\beta$  或近  $\beta$  钛合金, 通过冷加工成形, 比采用 Ti-6Al-4V 合金降低生产成本<sup>[4,5]</sup>。 $\beta$  钛合金固溶后有着相对较低的强度和较高的塑性, 因而具有优良的冷加工性能<sup>[5]</sup>, 后续的时效热处理可以使工件在整个截面上达到很高的强度<sup>[6]</sup>。

另一方面, 从文献[7]可知, 经过冷变形的 TB3 试样塑性大幅下降, 导致力学性能劣化。这可能是由于冷变形留下的位错等晶体缺陷在后续 500 °C 时效不能得到有效消除的缘故<sup>[8,9]</sup>。因此有必要开发一种时效热处理制度, 恢复经过冷变形的  $\beta$  钛合金的塑性, 提高其力学性能。

内部含有大量位错的  $\beta$  钛合金时效时,  $\alpha$  片在位错应力场中析出会不可避免的产生变体选择效应<sup>[8,10]</sup>。一般认为<sup>[8,10]</sup>: 被选择的属于同一变体的(具有同一晶体学位向) $\alpha$  片在后续的时效过程中逐渐长大合并, 从而导致合金组织粗化, 这对合金的力学性能不利。然而, 就变体选择效应对材料的低周疲劳性能影响而言, 目前尚未见研究报道, 而这个问题的研究既具有理论意

义, 又对实际应用有一定的参考作用。

本实验选择了一种典型的  $\beta$  钛合金, 即 Ti-10Mo-8V-1Fe-3.5Al (TB3) 作为研究对象, 研究二次时效工艺及时效析出相变体选择效应对疲劳性能的影响。

## 1 实验

本研究选用  $\Phi 12$  mm 的 TB3 合金棒料, 化学成分为 Ti-10.35Mo-8.1V-0.88Fe-3.2Al (质量分数, %)。采用的两种时效工艺如图 1 所示。低周疲劳测试所用的试样加工流程图如图 2 所示。试样首先在 820 °C 固溶处理 0.5 h, 然后加工成标距为  $\Phi 7.5$  mm $\times$ 30 mm 的试样。将该试样在室温 0.02 s<sup>-1</sup> 的应变速率下拉伸到 0.05 的塑性预变形量。二次时效工艺为, 先将预变形试样在 500 °C 下时效 2 h, 然后再置于 550 °C 下时效 1 h。将时效处理后的试样在标距内二次加工成  $\Phi 5$  mm $\times$ 15 mm, 用于疲劳性能测试, 如图 2 所示。为对比研究, 未经过预变形的 TB3 合金在 500 °C 时效 9 h 后 (峰值时效状态) 加工成相同标距尺寸的试样用于疲劳测试。轴向拉压低周疲劳实验在 Instron 1341 电液伺服试验机上采用应变控制模式进行, 循环加载采用三角形波, 名义应变速率为 4.0 $\times$ 10<sup>-3</sup> s<sup>-1</sup>。用金相显微镜对各种状

收稿日期: 2013-01-15

基金项目: 国家自然科学基金 (51101068)

作者简介: 宋振亚, 男, 1979 年生, 博士, 绍兴文理学院, 浙江 绍兴 312000, E-mail: szhenya2000@yahoo.com.cn

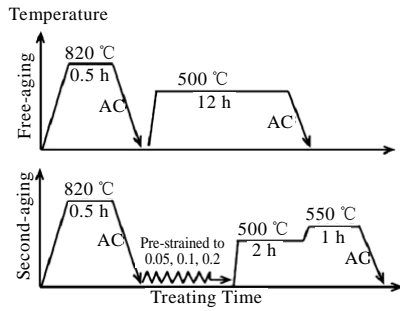


图 1 采用的两种热处理工艺示意图

Fig.1 Schematic of aging processes adopted

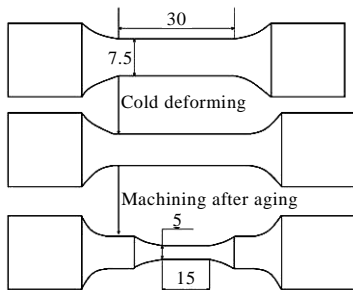


图 2 低周疲劳测试试样的加工处理流程示意图

Fig.2 Schematic showing the treatment and machining process of the TB3 samples for LCF tests

态下的样品进行观察，用 JEM-2100F 分析透射电镜对样品进行透射电子显微分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 时效样品的金相组织

图 3 是经过 500 °C 时效 2 h 的 TB3 合金金相组织形貌。如图 3a，在无预变形的样品中  $\alpha$  相在  $\beta$  晶粒中随机形核；从图 3b 中可以看出，对于经过 0.05 预变形的 TB3 样品时效处理后形成了网状形貌。另一方面，经过预变形的样品中  $\alpha$  相转变量要多一些，这表示预

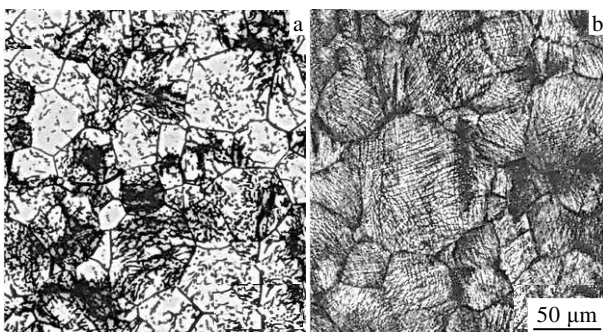


图 3 固溶态 TB3 在 500 °C 时效后的金相组织

Fig.3 Optical micrographs showing the microstructures of TB3 samples aged at 500 °C for 2 h: (a) undeformed and (b) pre-deformed to strain of 0.05

变形对  $\alpha$  相变有促进作用。仔细对比图 3a 和 3b，可以看出在经过预变形的样品中(图 3b)晶粒的晶界处  $\alpha$  相析出量明显高于无预变形的样品(图 3a)。

对于这种经过预变形并时效后形成的网状形貌，可以做如下解释。固溶处理后  $\beta$  态的 TB3 样品在预变形时晶粒中数个滑移系开动，位错在相互交叉的滑移面内形成高密度的位错缠结结构，即滑移带(这可用 TEM 观察到，如图 5a 所示)，每个滑移面内最先增殖产生的位错最终在晶界处塞积，这个过程最终导致滑移带内和晶界处位错密度显著高于其他区域。在随后的时效处理过程中， $\alpha$  片在滑移带内和晶界处析出时，被  $\alpha$  片占据的位置位错密度将降低到变形前的水平，这个过程伴随着以这部分位错的形式储存的应变能释放。这部分释放的应变能会降低形核与长大的能垒，是相变的驱动力之一。另外，位错密度高的区域系统能量高，原子扩散更加容易，这也有利于新相的形核与长大。因此，时效处理时， $\alpha$  片倾向于沿着滑移带和晶界处析出，从而形成了网络状形貌。文献[11]对此做了详细的研究。

### 2.2 时效处理后 TB3 样品的 TEM 观察

图 4 是未经预变形的 TB3 合金样品在 500 °C 时效 9 h 后在 TEM 下观察到的形貌。可以看出，时效析出的  $\alpha$  相以片状形态出现，且有多个变体。

图 5a 是 TB3 合金经过 0.05 冷变形量并在 500 °C 时效 12 h 后的组织形貌。可以看出，尽管时效时间较长，但冷变形产生的位错缠结带并未得到消除，如图中箭头所示。图 5b 是经过 0.05 预变形量的 TB3 合金在 500 °C 时效 2 h 后再 550 °C 二次时效 1 h 后的组织形貌。可以看出，经过 550 °C 二次时效的样品内部位错密度明显降低，但并未完全消除，如图 5b 中箭头所示。

另一方面，与图 4 相比较，图 5a, 5b 中  $\alpha$  片大多

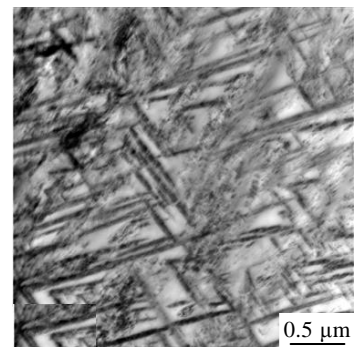


图 4 未经变形 TB3 样品 500 °C 时效 9 h 的 TEM 照片

Fig.4 TEM micrographs of undeformed TB3 aging at 500 °C for 9 h

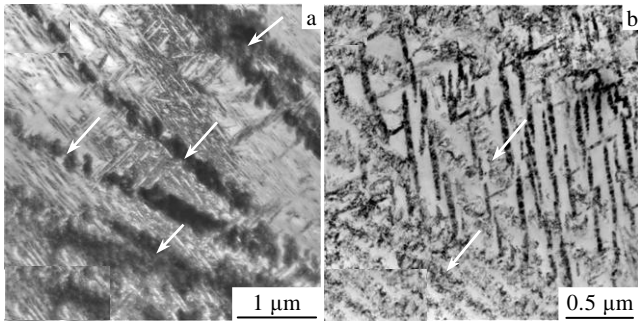


图 5 固溶态 TB3 样品经过 0.05 预先冷变形后再时效处理的 TEM 照片

Fig.5 TEM micrographs of TB3 samples subjected to 0.05 pre-deformation: (a) aged at 500 °C for 12 h; (b) aged at 500 °C for 2 h and at 550 °C for 1 h subsequently

保持着平行状态,即这些  $\alpha$  片属于同一个  $\alpha$  相的变体。这可能是由于位错带附近在高密度位错的应力场影响下,  $\alpha$  片为了降低析出导致的应变能增加,而选择了在某一最有利的析出面上生长,最终导致了这种变体选择现象<sup>[7]</sup>,即出现明显的变体选择效应。

### 2.3 低周疲劳性能测试

选择了两种试样进行疲劳测试:(1) FA 试样指无预变形峰值时效状态的试样,即 500 °C, 9 h;(2) SA 试样指经过 0.05 预变形后,再经过 500 °C, 2 h+550 °C, 1 h 时效处理。因为先期研究结果表明:这两种试样的强度与塑性相当<sup>[7]</sup>。对于 FA 试样,如图 6a 所示,循环软化现象较明显。从图 6b 可以看出,在 SA 试样中循环应力对循环周次不太敏感,只当应变幅达到 1.5% 时才出现轻微的循环软化现象。两种试样疲劳寿命作为循环应变幅的函数见图 7,可以看出:两种试样疲劳寿命基本上接近。进一步分析发现,两种试样的 S-N 曲线在  $\Delta\epsilon_t/2=1\%$  时有交点,应变幅高于 1% 时 SA 试样寿命稍高,反之应变幅低于 1% 时 FA 试样寿命稍高。从图 7 可看出,总应变幅与疲劳寿命之间可以近似地符合 Coffin-Manson 关系,这与 Inconel 718 合金类似<sup>[12]</sup>,拟合结果总结在表 1 中。

### 2.4 疲劳断口观察

图 8 为扫描电镜 (SEM) 观察到的 TB3 试样在总应变幅  $\Delta\epsilon_t/2=1\%$  时的典型疲劳断口形貌,结果表明,两种试样疲劳裂纹都是从试样表面萌生。另外,对于 FA 试样而言,从图 8a 中可以清楚看到,其具有多个疲劳裂纹源萌生。相反,在 SA 试样中,一般是单一疲劳裂纹源,如图 8a, 8c 中箭头所示。在疲劳裂纹的稳态扩展区可以观察到完整的疲劳条纹,如图 8b, 8d 所示,这说明疲劳裂纹是穿晶扩展的。

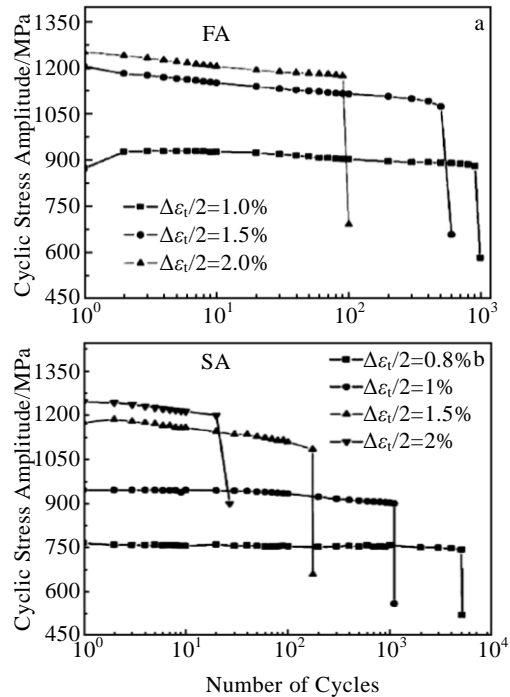


图 6 TB3 合金不同应变幅下的循环峰值应力响应曲线

Fig.6 Variation of cyclic stress amplitude with cycles in TB3 alloy fatigued at different total strain amplitude: (a) FA denotes the peak aged sample without pre-strain, i.e., 500 °C, 9 h and (b) SA denotes the sample with 0.05 pre-strain and secondary aging treated, i.e., 500 °C, 2 h+550 °C, 1 h

表 1 两种 TB3 试样疲劳寿命与应变幅的 Coffin-Manson 关系  
Table 1 Manson-Coffin parameters between the fatigue lifetime and cyclic total strain amplitude for two kinds of TB3 samples

Samples	Coffin-Manson Parameters	Correlation coefficient	Standard deviation
FA	$\Delta\epsilon_t/2 = 0.1218(2N_f)^{-0.3258}$	0.985	0.057
SA	$\Delta\epsilon_t/2 = 0.0518(2N_f)^{-0.2181}$	0.976	0.086

### 2.5 疲劳亚结构观察

对经过循环总应变幅为  $\Delta\epsilon_t/2=1\%$  疲劳测试的两种 TB3 试样使用 TEM 进行观察,结果如图 9 所示。可见,平面状滑移导致的位错条带是主要的循环变形形貌特征,如图中箭头所示,位错滑移是最主要的循环变形方式,没有观察到变形孪晶。仔细观察发现,这种位错带在 SA 试样中比 FA 试样发展更完全。在 FA 试样中,这种直位错条带粗大且不连续,如图 9a 所示。在 SA 样品中,疲劳产生的位错条带连续且细小均匀,如图 9b 所示。

图 10 是  $\alpha$  片变体选择效应对位错滑移影响的二维示意图。在无变体选择效应(图 10a)情况下  $\alpha$  片很容易

阻碍位错滑移, 出现变体选择效应后(图 10b),  $\alpha$  片对位错滑移阻碍效应降低。

两种试样循环变形后位错亚结构的差别可以归因于内部析出的  $\alpha$  片的大小和排列方式的差异。在 FA 试样中, 无变体选择效应, 且  $\alpha$  片尺寸相对较大, 故  $\beta$  基体被分割成许多不连续的小单元。当这种组织结构发生塑性变形时, 基体中产生的位错突破周围  $\alpha$  片

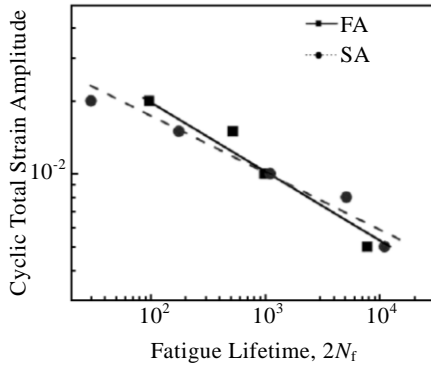


图 7 两种试样循环应变幅-疲劳寿命曲线

Fig.7 Variations of fatigue lifetime with different total strain amplitude in two kinds of TB3 samples. FA denotes the peak aged sample without pre-strain, i.e., 500 °C 9 h. SA denotes the sample with 0.05 pre-strain and secondary aging treated, i.e., 500 °C, 2 h+550 °C, 1 h

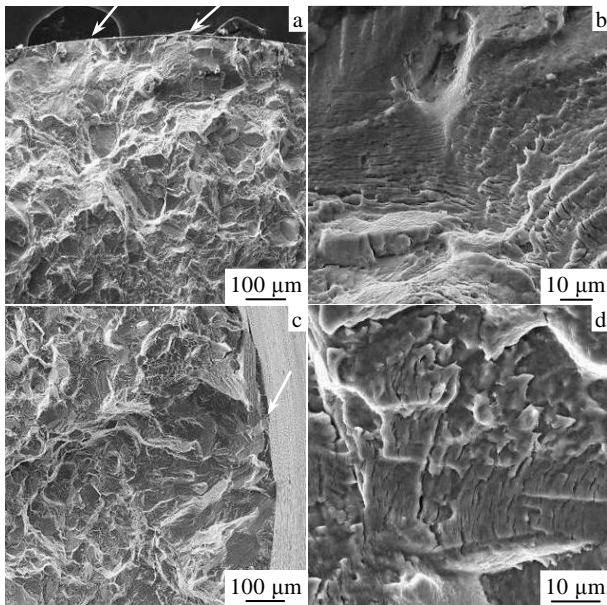


图 8 TB3 试样在总应变幅  $\Delta\epsilon_t/2=1\%$  下典型的疲劳断口形貌

Fig.8 Fatigue fracture appearances of TB3 samples under  $\Delta\epsilon_t/2=1\%$ : (a) and (b) are the appearances of crack sources and crack propagation areas in FA samples; (c) and (d) are the appearances of crack sources and crack propagation areas in SA samples

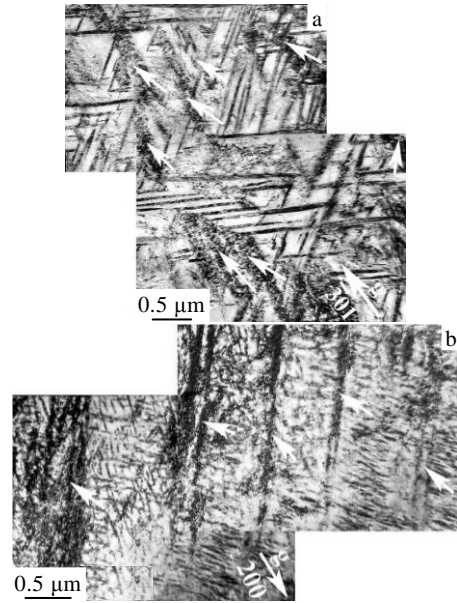


图 9 TB3 试样在  $\Delta\epsilon_t/2=1\%$  下的疲劳亚结构

Fig.9 Typical deformed substructure formed in the fatigued TB3 samples with  $\Delta\epsilon_t/2=1\%$ : (a) FA sample and (b) SA sample

的阻挡比较困难, 只能在  $\beta$  基体小单元中塞积<sup>[13]</sup>, 如图 10a 所示。随着变形的进行, 最终形成不连续的粗大杆状或团状的位错组态, 如图 9a 所示。但在 SA 试样中, 出现了强烈的变体选择效应, 加上时效时间较短,  $\alpha$  片尺寸较小, 所以基体中的位错绕过这些  $\alpha$  片相对比较容易, 如图 10b 所示。从而在循环变形时容易形成均匀分布的位错条带, 如图 9b 所示。

目前的许多研究表明<sup>[12]</sup>: 循环变形时能够形成细小均匀的窄滑移带的材料有比较高的抗疲劳能力; 那些循环变形集中在少量的粗大滑移带内的材料较容易萌生疲劳裂纹, 抗疲劳能力较弱。通过对两种试样低周疲劳测试后的 TEM 形貌观察发现: 在 SA 试样中由于形成了细小均匀分布的滑移带(图 9b); 而在 FA 试样中滑移带粗大且不均匀。故一般情况下 SA 样品抗

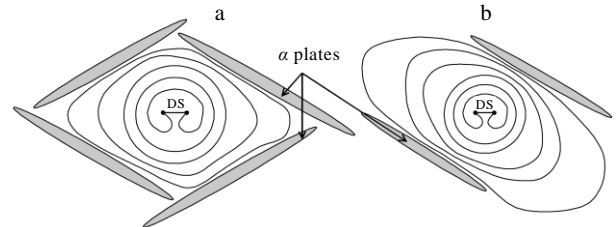


图 10  $\alpha$  片变体选择效应对位错滑移影响二维示意图

Fig.10 Two-dimension schematic illustration showing the effect of the variant selection of  $\alpha$  plates on dislocation evolution: (a) without and (b) with variant selection effect. DS denotes dislocation source

疲劳性能应优于FA样品,但从图7可知,当总应变幅高于1%时,自由时效试样的寿命较高,这可能是由于SA样品中仍然有少量位错没有得到有效消除导致其塑性较FA试样低的缘故。

另外,在本研究工作中, $\alpha$ 片变体选择效应的出现并未对低周疲劳性能产生明显的不利影响,其可能的原因如下:TB3合金的 $\beta$ 稳定系数较高,导致时效析出 $\alpha$ 相的体积分数不高(约0.55左右),属于同一变体的 $\alpha$ 片不能充分长大合并使合金组织粗化。

### 3 结论

1) 在无预变形的样品中 $\alpha$ 相在 $\beta$ 晶粒中随机形核;经过预变形的样品时效时, $\alpha$ 相优先沿滑移带、晶界等高位错密度区域形核,从而形成网络状形貌。

2) 二次时效工艺能有效降低预变形TB3合金内部位错密度。

3) 在预变形试样中时效析出的 $\alpha$ 片具有变体选择效应,该效应未导致合金抗低周疲劳性能明显劣化。

4) 对经过0.05预变形量的TB3合金二次时效处理后,其抗低周疲劳性能与未预变形峰值时效状态试样大致相当。

#### 参考文献 References

[1] Ankem S, Greene C A. *Mater Sci Eng A*[J], 1999, 263: 127

[2] Allen P G, Bania P J, Hutt A J *et al.* In: Blenkinsop P A, Evans W J, Flower H M eds. *Titanium '95, vol II*[C]. London: The Institute of Materials, 1996: 1680

[3] Weiss I, Semiati S L. *Mater Sci Eng A*[J], 1998, 243: 46

[4] Sha Aixue(沙爱学), Wang Qingru(王庆如) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2006, 35(3): 455

[5] Zhang Yingnan(张颖楠), Li Mingqiang(李明强) *et al.* *Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2000(9): 14

[6] Karasevskaya O P, Ivasishin O M, Semiati S L *et al.* *Mater Sci Eng*[J], 2003, A354: 121

[7] Song Z Y, Sun Q Y, Xiao L *et al.* *Mater Sci Eng A*[J], 2010, 527: 691

[8] Furuha T, Maki T. *Mater Sci Eng A*[J], 2001, 312: 145

[9] Ouchi C, Suenaga H, Hohaska Y. *Sixth World Conference on Titanium II*[C]. Cannes: SF2M, 1988: 819

[10] Furuha T. *Met Mater-Korea*[J], 2000, 6: 221

[11] Song Zhenya(宋振亚), Sun Qiaoyan(孙巧艳), Xiao Lin(肖林) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2010, 39(5): 791

[12] Xiao L, Chen D L, Chaturvedi M C. *Metall Mater Trans A*[J], 2005, 36: 2671

[13] Song Z Y, Sun Q Y, Xiao L *et al.* *J Mater Res*[J], 2009, 24: 452

## Low Cycle Fatigue Behavior of Secondary Aging Treated TB3 Alloy Cold Preformed

Song Zhenya<sup>1,2</sup>, Zhang Lincai<sup>3</sup>, Guo Xiaodong<sup>3</sup>, Sun Qiaoyan<sup>2</sup>, Xiao Lin<sup>2</sup>, Sun Jun<sup>2</sup>

(1. Shaoxing University, Shaoxing 312000, China)

(2. State Key Laboratory for Mechanical Behavior of Materials, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

(3. Huaiyin Institute of Technology, Huaiyin 223003, China)

**Abstract:** For the cold pre-deformed Ti-10Mo-8V-1Fe-3.5Al (TB3) alloy, the high density of dislocation could still be observed after traditional aging treatment, which could lead to detrimental influences on mechanical properties. To resolve this problem, a second aging treatment process was proposed. Transmitting electron microscopy (TEM) investigations show that the dislocation density may be dramatically decreased by the secondary aging treatment in predeformed TB3 samples. Variant selection effect was observed in predeformed and aged TB3 samples. Low cycle fatigue (LCF) tests were carried out to the conventional peak aged TB3 samples (FA) and the predeformed and secondary aging treated TB3 samples(SA). The LCF results show that fatigue lifetime is slightly higher for SA samples when the total strain amplitude is lower than 1%, but it has an opposite result when the total strain amplitude is higher than 1%. TEM investigations on the TB3 samples after fatigue tests show that dislocation slip is the predominant deformation mode. The dislocation bands resulting from cyclic deformation are wide and discontinuous in FA sample, however they are fine and homogeneous in SA samples.

**Key words:**  $\beta$ -titanium alloy; predeformation; secondary aging treatment; LCF behavior; variant selection effect