

Ti555211 合金双态组织拉伸行为的 SEM 原位观察

安震¹, 李天麒¹, 鲁媛媛¹, 丁旭¹, 谢辉¹, 毛小南², 张平祥², 李金山³

(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 合金具有初始双态组织的拉伸变形和断裂行为。结果表明: 在拉伸载荷作用下, 双态组织试样中滑移带优先出现在初生 α 相内 (与拉伸轴呈 45°), 在裂纹扩展过程中, 合金内滑移带的密度均随着载荷的增加逐渐增加, 双态组织试样的断裂方式为微孔聚集型断裂。原位拉伸试样断口分析表明, 韧性断裂是双态组织试样的主要断裂方式, 双态组织试样断口没有明显剪切唇, 存在小范围的剪切滑移造成的平坦面。SEM 原位拉伸实验分析方法能够对该合金的变形和断裂行为进行实时跟踪, 该方法的研究结果更加具有重大的理论价值和工程意义。

关键词: Ti555211 合金; 双态组织; 近 β 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)05-1584-07

钛合金是在 20 世纪 50 年代左右发展出的一种高性能重要结构材料, 在现代制造工业中占据着举足轻重的作用^[1,2]。抗拉强度级别在 1300 MPa 的航空特种结构钛合金成为重要发展方向之一, 从而满足飞机设计的需要, 促进了钛合金相关制造业的迅猛发展。目前代表国际先进水平、并在飞机上获得成功应用的高强度钛合金主要有美国 TIMET 公司成功开发的亚稳 β 型合金 Ti-15-3, β -21S 和近 β 型合金 Ti1023、Ti5553、Ti55531 以及俄罗斯开发的近 β 型钛合金 BT22, 这些合金均由于优良的性能而成功应用于航空工业领域并发挥着重要作用^[3,4]。Ti555211 合金是我国自主研发的一种新型近 β 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优良的强度、韧性、塑性匹配的新型高强材料。Ti555211 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优点^[2]。

通过计算可以得出, Ti555211 合金的钼当量和铝当量与 BT22、Ti5553、Ti55531、TC27 和 Ti1023 合金相近。图 1 是航空钛合金的强度与断裂韧性的匹配图。从图 1 可以看出, 经固溶时效处理后, Ti555211 合金室温抗拉强度可达到 1350 MPa 左右, 伸长率可以达到 8% 以上。通过 BASAC 热处理工艺, 可使 Ti555211 合金具有较高的 K_{IC} 值, 具有较好的性能匹配。综上所述, Ti555211 合金具有良好的市场前景和应用潜力。

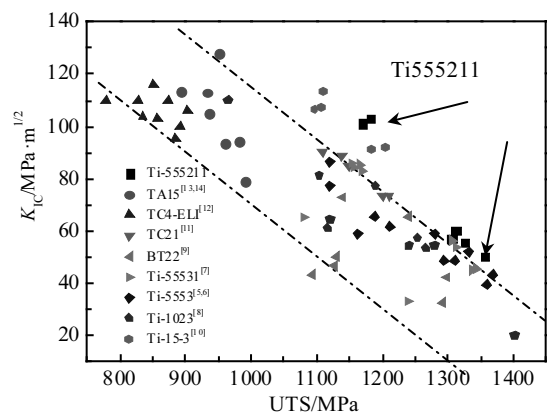


图 1 相关航空钛合金的强度与断裂韧性匹配图

Fig.1 Dependence of the fracture toughness on the tensile strength of similar titanium alloys

SEM 原位拉伸实验是在扫描电镜的拉伸实验平台上, 在原位拉伸试样拉伸变形的同时, 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^[15,16]。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^[16-18]。

收稿日期: 2018-01-09

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

国内外相关研究学者对钛合金的拉伸和断裂行为做了很多工作。而 Ti555211 合金作为一种我国具有自主知识产权的新型近 β 型高强高韧高淬透钛合金, 其拉伸和断裂行为尚未报道。本实验拟通过对具有双态组织的 Ti55211 合金试样进行 SEM 原位动态观察, 研究 Ti555211 合金双态组织试样在拉伸变形过程中的拉伸和断裂行为。为揭示 Ti555211 合金的拉伸和断裂行为以及日后制定该合金加工工艺提供参考, 具有较大的理论价值和工程意义。

1 实验

Ti555211 合金双态组织 SEM 原位观察实验材料为西北有色金属研究院提供的成品棒材。原始的铸态晶粒通过在 β 相区锻造细化晶粒, 最终在两相区 (相变点以下 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$) 锻造成棒材, 热处理制度为: $800\text{ }^{\circ}\text{C}$, 2 h , 空冷+ $620\text{ }^{\circ}\text{C}$, 8 h , 空冷。图 2 是 Ti555211 合金初始组织, 从图 2 可以看出, 初生 α 相含量 $35\%\sim 40\%$, 细小呈球状, 尺寸为 $3\sim 5\text{ }\mu\text{m}$, 还有长棒状和短棒状的次生 α 相分布在 β 相中, 是属于典型两相细化组织结构。本实验用金相法测定 Ti555211 合金的 β 转变温度为 $875\sim 880\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

SEM 原位拉伸实验是在室温下通过带有拉伸台的 SUPRA55 扫描电镜下完成。加速电压 20 kV , 原位拉伸实验采用控制位移的方式, 位移速率恒定为 $0.2\text{ mm}\cdot\text{min}^{-1}$ 。根据扫描电镜拉伸平台的实际操作要求, 试样尺寸如图 3 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。

首先, 对原位拉伸试样的两个表面分别用水砂纸和 280#、400#、800#、1000#、1500#、2000# 金相砂纸进行逐级研磨, 这是为了保证在加载的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, 将原位试样用胶水固定在铝块上, 对原

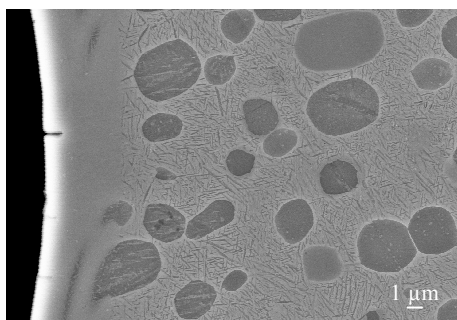


图 2 Ti555211 合金初始双态组织

Fig.2 Microstructure of the as-received Ti555211 alloy with dual structure

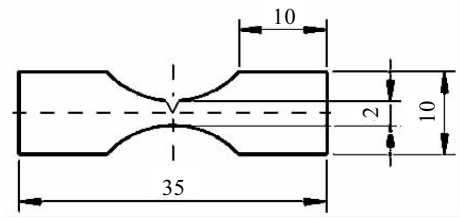


图 3 Ti555211 合金 SEM 原位拉伸试样的尺寸

Fig.3 Size of Ti555211 alloy specimens for in-situ tensile experiment

位试样一个表面进行抛光处理, 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 Kroll 试剂进行腐蚀。

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, 可以了解具有初始双态组织 Ti555211 合金试样的典型裂纹萌生和扩展过程。图 4 是 Ti555211 合金原位拉伸实验的应力-位移加载曲线, 从图 4 可以看出, 在应力 1120 和 1420 N 时分别发生屈服和断裂。经测量, 试样厚度为 0.80 mm , 试样预置缺口处宽度 1.25 mm (不含缺口部分)。经计算, 该合金的屈服应力约为 1120 MPa , 与该合金在此热处理状态下的拉伸数据基本吻合。

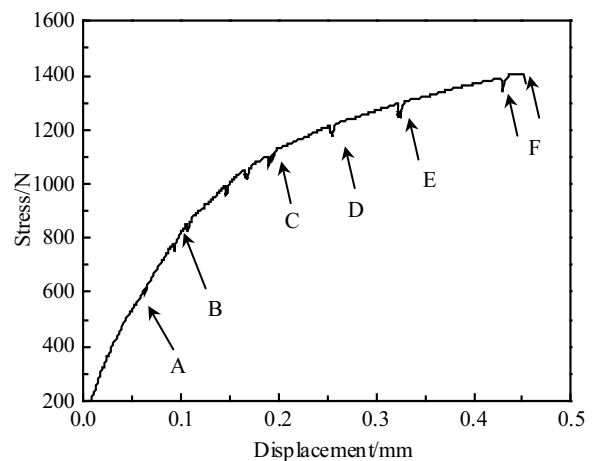


图 4 Ti555211 合金双态组织原位拉伸实验的应力-位移加载曲线

Fig.4 Stress-displacement curve for in-situ SEM tensile test of Ti555211 alloy with dual structure at $25\text{ }^{\circ}\text{C}$

2.2 Ti555211 合金双态组织 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 5a 所示。通过观察预置缺口处的表面形貌可以发现,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的 Ti555211 合金微观组织如图 5b 和图 5c 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^[18-20]。

图 6 是 Ti555211 合金预置缺口处残余金属裂纹变化(加载初期)。在实验加载初期,即对应加载曲线上为 A 点附近, Ti555211 合金双态组织试样预置缺口表面形貌的变化过程如图 6。通过观察图 6 可以发现,与图 5a 相比,当载荷逐渐增大时,沿着拉伸轴方向的组织产生较为明显变形,预置缺口处产生明显的变形,预置缺口应力集中区域表现为残余金属层被拉开的最大位置,所受应力较其他区域大,此位置容易达到材

料的屈服极限,裂纹由此萌生^[19,20]。

图 7 是 Ti555211 合金双态组织原位拉伸试样的剪切开裂。从图 6 所示,预置缺口处附近的两相组织在加载初期开始变形,对应图 4 加载曲线上为 A 点-B 点附近,图 7 为图 6 中区域 A 在加载前后的组织形貌变化。通过观察发现,缺口处附近细小的 α 相在加载过程中被拉长,其中变形量较大的区域 α 相与 β 相发生分离。由于 α 相与 β 相的性能有一定的差异性,当较大的 β 相因载荷增加发生较大的形变或者分离时,其中包裹的 α 相因塑性较低相对变形量较小与较大的 β 相发生滑移,从而进一步分离,细小孔洞就会在两相分离处萌生,进一步发展成微裂纹。

图 8 为 Ti555211 合金双态组织原位拉伸试样裂纹扩展的初始阶段。当载荷进一步增加时,对应图 4 加载曲线上为 C 点附近,试样缺口处的应力集中区域由于金属逐渐达到屈服极限,从而萌生裂纹发生开裂。如图 8 所示,与加载前的表面形貌(图 7)相比可以看出,试样预置缺口处在开裂的过程中,伴随着大量微孔洞的形成和强烈的滑移剪切变形,微观组织中的微小

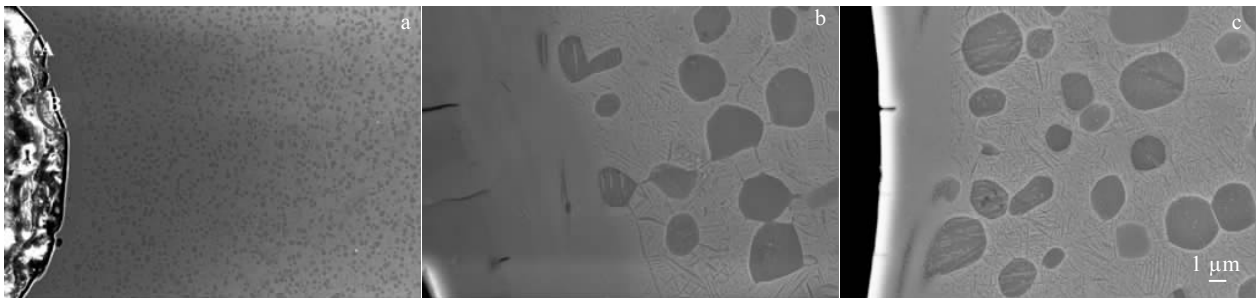


图 5 预置缺口的形貌

Fig.5 Morphologies of prefabricated notch: (a) low magnification, (b) high magnification showing of area A in Fig.5a, and (c) high magnification showing of area B in Fig.5a

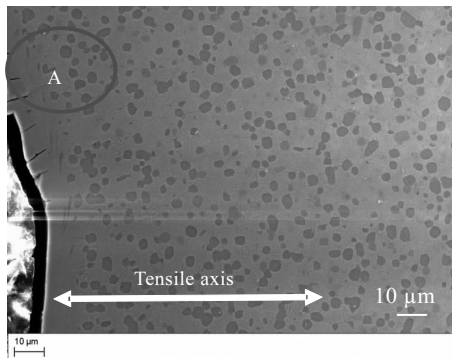


图 6 Ti555211合金预置缺口处残余金属裂纹变化(加载初期)
Fig.6 Change of crack of residual metal alloy of Ti555211 with dual structure in pre-notch area (at the initial loading)

孔洞和微小裂纹首先在 α 和 β 界面处萌生。试样在加载的过程中,微小裂纹的萌生与扩展通常按照滑移方向,在微小裂纹扩展的过程中,不断连接 α 相与 β 相组织中萌生的微孔洞和微裂纹。

随着载荷的继续增大,对应图 4 加载曲线上 D 点附近,微裂纹的尖端部分 α 相与 β 相组织产生大量滑移变形、微孔洞和微小裂纹。分切应力在当载荷的方向与滑移面和滑移方向接近 45° 时达到最大值,当达到金属的屈服强度时,就出现滑移。因此,裂纹尖端扩展方向与载荷方向接近 45° 的滑移系首先开动,滑移带、微孔洞和微裂纹聚集区域阻碍裂纹的能力最小,主裂纹首先在此区域中进行扩展。当裂纹尖端出现如图 9 所示的微孔洞聚集和滑移路径时,裂纹将穿过初

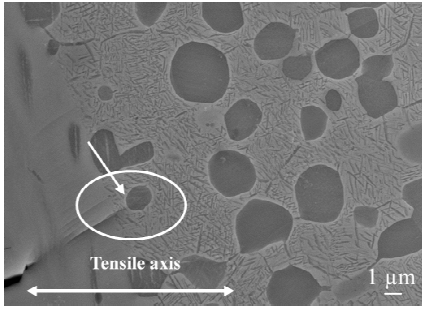


图 7 Ti555211合金双态组织原位拉伸试样的剪切开裂（加载初期）

Fig.7 Shear cracking of in-situ tensile test specimens of Ti555211 alloy with dual structure at the initial loading

生 α 相进行扩展, β 相中的长棒状和短棒状的次生 α 相几乎不能阻碍裂纹扩展。

在随后加载的过程中, 对应图 4 加载曲线上 E 点附近, 如图 9b 所示。因为在厚度方向上, 微小孔洞在组织中分布不一致, 裂纹扩展主要方式是以微小孔洞密集聚集区的相互连接为主, 因此, 裂纹扩展路径不断发生改变。在加载的后期, 对应图 4 加载曲线上 F 点附近, 如图 10 所示。可以看出主裂纹在扩展的同时, 其前方伴随着独立裂纹的萌生和扩展, 裂纹之间区域 α 相内部发生大量的滑移, 两相沿着界面逐渐发生分离, 从而形成微裂纹, 主裂纹在扩展的过程中, 与裂尖前方已经形成的细小裂纹互相连接, 其扩展速度明显加快, 在随后的加载过程中, 试样发生断裂。

图 11 是 Ti555211 合金双态组织 SEM 原位拉伸实验的断裂过程。从图 11 可以看出, 按照 SEM 原位拉

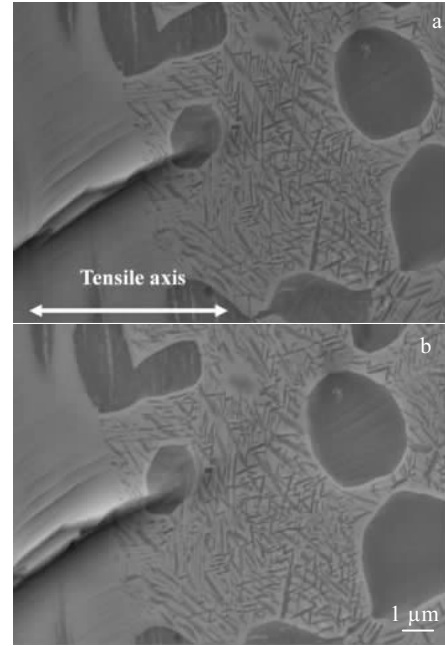


图 9 Ti555211合金双态组织原位拉伸试样加载中期裂纹扩展过程

Fig.9 Middle stage of crack propagation of in-situ tensile test specimens of Ti555211 alloy with dual structure

伸实验结果, Ti555211 合金具有初始两相组织的试样基本断裂过程可以分为 5 个阶段: 第 1 阶段, 预制缺口处出现明显变形; 第 2 阶段, 剪切滑移断裂发生缺口应力集中区; 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。

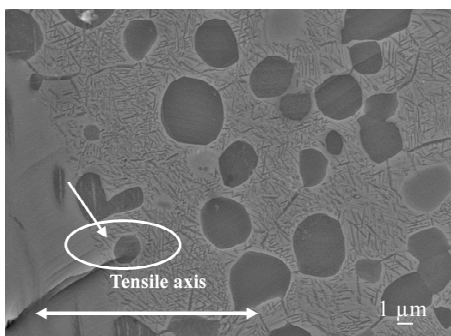


图 8 Ti555211合金双态组织原位拉伸试样裂纹扩展的初始阶段

Fig.8 Initial stage of crack propagation of in-situ tensile test specimens of Ti555211 alloy with dual structure

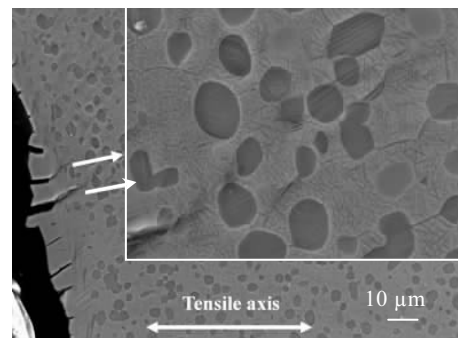


图 10 Ti555211合金双态组织原位拉伸试样中主裂纹尖端和前方的微裂纹

Fig.10 Microcracks and main crack tip in in-situ tensile test specimens of Ti555211 alloy with dual structure

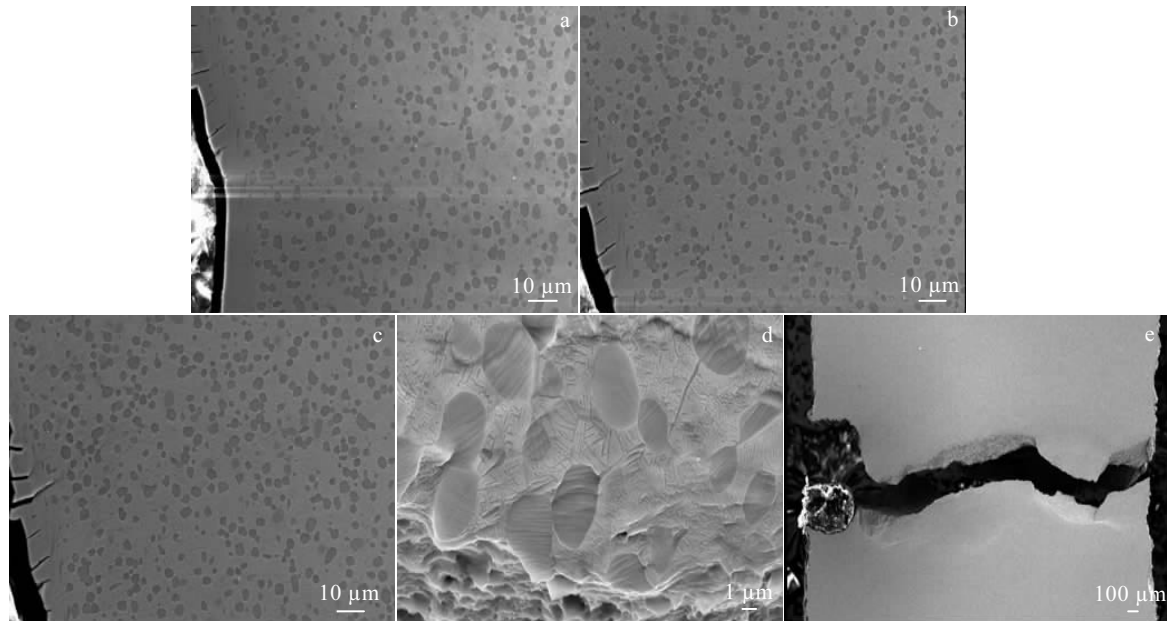


图 11 Ti555211合金双态组织原位拉伸试样断裂过程的5个阶段

Fig.11 Basic fracture process of in-situ tensile test specimens of Ti555211 alloy with dual structure: (a) phase I , (b) phase II, (c) phase III, (d) phase IV, and (e) phase V

2.3 Ti555211 合金双态组织 SEM 原位拉伸实验断口分析

由图12所示原位拉伸试样断口可以发现，由于Ti555211合金双态组织晶粒较小，而且在拉伸变形的过程中各晶粒滑移面方向不一样，裂纹尖端在扩展的过程中可能受到阻碍而停滞，在拉伸载荷作用于该区域时，当应力超过该区域的屈服强度时即发生断裂，并形成韧窝断口。沿着断口观察可以发现，裂纹走向有以下几种途径：首先，裂纹有沿着β相的晶界发生沿晶断裂；其次，也有穿过初生α相发生穿晶断裂，再次，存在穿过β晶粒和次生α相的断裂。

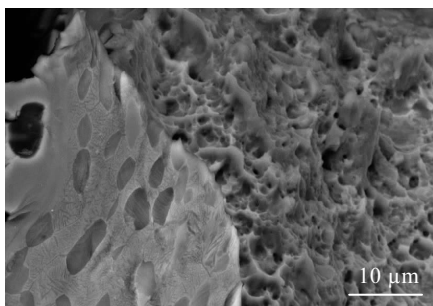


图 12 Ti555211合金原位拉伸双态组织试样主裂纹附近断口形貌

Fig.12 Microstructure of in-situ tensile test specimens of Ti555211 alloy with dual structure near main fracture crack

图13是Ti555211合金双态组织原位拉伸试样整体断口的宏观形貌照片。从图13可以看出，断口的下侧有较为明显的剪切断裂，也存在韧窝断裂，试样表面与试样的断裂方向基本平行，其余部分以韧窝断裂为主，也存在少量的滑移造成的平坦的滑移区，试样表面呈45°与韧窝断裂密集区域也发生剪切变形，因此存在被拉长的韧窝。

通过观察 Ti555211 合金双态组织 SEM 原位拉伸试样整体断口的宏观形貌发现，宏观断口形貌上呈暗灰色、纤维状、且无金属光泽，没有明显的剪切唇。图 14 是 Ti555211 合金双态组织原位拉伸试样断口微观形貌图，整体断口上分布着大量韧窝，结合图 13 和图 14a 可以发现，A 处存在韧窝断裂和分布着大量

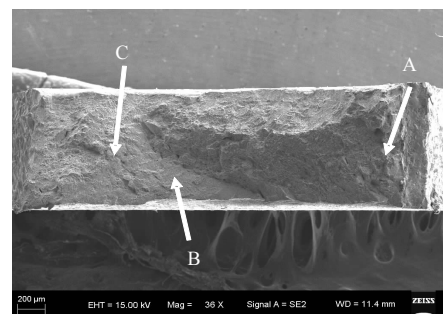


图 13 Ti555211合金双态组织原位拉伸试样断口形貌

Fig.13 Fracture of in-situ tensile test specimens of Ti555211 alloy with dual structure

滑移造成的平坦的滑移区的两种断裂方式;结合图 13 和图 14b 可以发现 B 处属于以分布着大量滑移造成的平坦的滑移区为主;结合图 13 和图 14c 可以发现 C 处以韧窝断裂为主。整体来看,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。

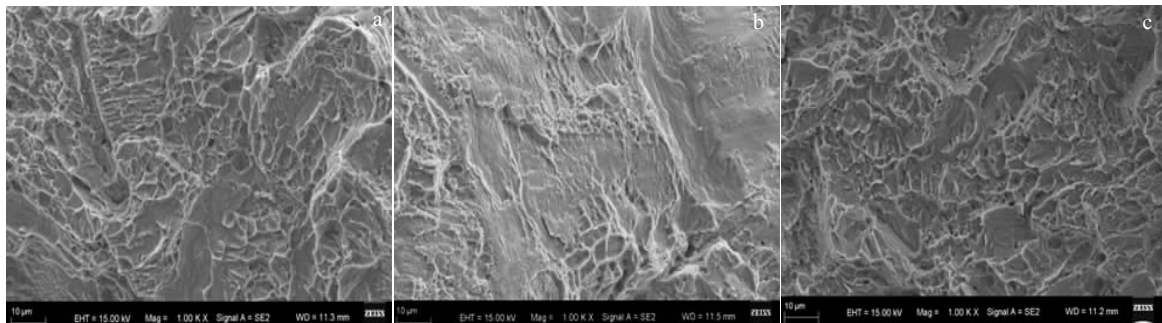


图 14 Ti555211合金双态组织原位拉伸试样断口的微观形貌

Fig.14 Fracture of areas in Fig.13 for in-situ tensile test specimen of Ti555211 alloy with dual structure: (a) area A, (b) area B, and (c) area C

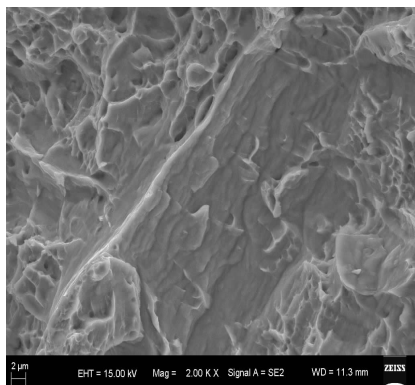


图 15 Ti555211合金双态组织原位拉伸试样断口上的蛇形滑移

Fig.15 Snake-like slip on the fracture of in-situ tensile specimen of Ti555211 alloy with dual structure

3 结论

1) 通过 Ti555211 合金原位实验观察,可以发现 Ti555211 合金双态组织试样的断裂方式属于微孔聚集型断裂。

2) 通过 Ti555211 合金双态组织试样的原位拉伸实验,发现在裂纹扩展过程中,滑移带优先出现在初生 α 相内,角度与拉伸方向呈接近 45° ,并且逐渐变密。在裂纹扩展的附近组织变形较大,双态组织试样裂纹优先在 α/β 界面上萌生微小裂纹和微小孔洞,扩展途径主要沿着变形所导致的密集滑移带和微小孔洞聚集区域, Ti555211 合金双态组织原位拉伸试样沿着

图 15 是 Ti555211 合金双态组织原位拉伸试样断口上的蛇形滑移。如图 15 所示,在具有初始双态组织 Ti555211 合金试样的剪切滑移区域中,断口表面形成涟波花样和无特征的平坦面是因为此区域变形较为剧烈,存在少量的蛇形滑移。

高度方向不同位置的滑移带密集程度和微孔洞的密度对裂纹扩展途径有所影响。

3) 对 Ti555211 合金 SEM 原位拉伸实验后的试样断口分析,韧性断裂是双态组织试样的主要断裂方式。双态组织试样从宏观上观察,没有明显的剪切唇。通过高分辨电镜的观察,存在小范围剪切滑移造成的平坦面,平坦面上存在较为明显的蛇形滑移花样。

参考文献 References

- [1] Bhattacharjee A, Saha B, Williams J C. *Aerospace Materials and Material Technologies*[M]. Singapore: Springer, 2017: 117
- [2] An Z, Li J, Feng Y et al. *High Temperature Materials and Processes*[J], 2016, 35(9): 913
- [3] Keist J S, Palmer T A. *Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 693: 214
- [4] Weiss I, Semiatin S L. *Materials Science and Engineering A*[J], 1998, 243(1): 46
- [5] Fanning J C. *Journal of Materials Engineering and Performance*[J], 2005, 14(6): 788
- [6] 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
- [7] Dikovits M, Poletti C, Warchomicka F. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2014, 45(3): 1586
- [8] Wang Xiaoyan(王晓燕), Liu Jianrong(刘建荣), Lei Jiafeng(雷家峰) et al. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J] 2007,

- 43(11): 1129
- [9] 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
- [10] Wang Q, Zhang Q, Chen Y *et al. Journal of Materials Engineering*[J], 1996(12): 16
- [11] Zhao Yongqing(赵永庆), Qu Henglei(曲恒磊), Feng Liang(冯亮) *et al. Titanium Industry Progress*(钛工业进展)[J], 2004, 21(1): 22
- [12] 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
- [13] 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
- [14] Zhang Wangfeng(张旺峰), Cao Chunxiao(曹春晓), Li Xingwu(李兴无) *et al. Rare Metal Materials & Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2005, 34(4): 549
- [15] Zhang W J, Song X Y, Hui S X *et al. Materials & Design*[J], 2017, 116: 638
- [16] Shao H, Zhao Y, Ge P *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2013, 559: 515
- [17] Zhang S, Zeng W, Zhao Q *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 708: 574
- [18] Yao T, Du K, Wang H *et al. Acta Materialia*[J], 2017, 133: 21
- [19] Sinha S, Gurao N P. *Materials & Design*[J], 2017, 116: 686
- [20] Hémerly S, Villechaise P. *Acta Materialia*[J], 2017, 141: 285

In-situ SEM Observations of Tensile Deformation Behavior of Ti555211 Alloy with Dual Structure

An Zhen¹, Li Tianqi¹, Lu Yuanyuan¹, Ding Xu¹, Xie Hui¹, Mao Xiaonan², Zhang Pingxiang², Li Jinshan³

(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 the Ti555211 alloy with dual structure were investigated using in-situ SEM technology. Results show that slip bands are given priority within the primary α phase along with angle of 45° with the tensile loading direction for the Ti555211 alloy with initial dual structure. As the crack propagates, the density of the slip bands increases. Moreover, the crack growth is dominated by interconnected microcavities for the alloy with initial dual structure. The Ti555211 alloy with initial dual structure and lamellar structure show different fracture morphologies. For the alloy with initial dual structure, there display a small flat surface caused by shear slip, but no obvious shear lip occurs in 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 research results of this method have great theoretical value and engineering significance.

Key words: Ti555211 titanium alloy; dual 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