

反应堆耐压壳体用 Ti-5Al-3V-3Zr-0.7Cr 合金的热变形行为

赵彬^{1,2}, 赵永庆², 侯智敏², 罗媛媛², 张文², 张平祥², 吴金平²

(1. 西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072)

(2. 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

摘要: 利用 Gleeble-3800 型热模拟试验机对经过三次真空自耗熔炼的 Ti-5Al-3V-3Zr-0.7Cr (质量分数, %, 下同) 合金进行热模拟等温压缩实验, 研究了在 750~900 °C 及 0.001~1 s⁻¹ 应变速率下的高温流变行为及再结晶行为。结果表明, 在合金的高温变形过程中, 流变曲线呈现出明显的先硬化后软化的流变行为特征, 应变速率的降低或温度的升高都会使合金的流变应力降低; 造成该合金流变软化的主要原因是动态再结晶。动态再结晶的临界应变与峰值应变之间成线性关系, 随着温度和真应变增加, 再结晶体积分数呈“S”型增加。在不同变形条件下建立了合金的热加工图, 合金的最佳高温塑性变形参数为: 750 °C/0.001~0.01 s⁻¹ 和 850~900 °C/0.01~0.1 s⁻¹。

关键词: 钛合金; 高温流变行为; 再结晶行为; 热加工图

中图分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)06-1872-06

钛合金因其具有低密度、高熔点、无磁性、良好的耐腐蚀性能和高温力学性能, 成为反应堆以及核聚变堆中包壳和结构部件的候选材料, 受到了越来越多研究者的关注^[1-3]。其在核反应堆中应用的主要问题是核嬗变生成的氢核导致的氢脆和辐照对合金材料力学性能的影响。近 α 型钛合金因其膨胀率最小, 且具有更好的抗辐照脆化性能, 故成为目前核用钛合金研究的热点之一^[4]。俄罗斯、美国以及日本等发达国家先后开发了相关反应堆用近 α 型钛合金材料。Kozhevnikov^[5]等人通过研究钛合金的辐照行为发现, 近 α 型钛合金 Ti-20Zr 合金的孕育期明显高于 Ti-5Al-2.5V 合金。Marmy^[6]等研究聚变反应堆用钛合金的拉伸与疲劳性能时发现, Ti-5Al-2.4Sn 合金的疲劳性能明显优于原先使用的 Ti-6Al-4V。而 Pranesh^[7]等人研究 TA10 合金与 304 不锈钢之间的界面反应时, 发现两者的复合体比同种合金之间具有更高的融合性。然而普通的近 α 钛合金还是难以满足核反应堆对壳体构件强度及热稳定性更高的要求, 因此俄罗斯最先设计了 Ti-Al-V-Zr 系近 α 钛合金用于一体化核反应堆壳体^[8], 其筒形件直径为 2750~3500 mm, 最小长度为 480 mm, 最大长度为 1600 mm, 同时也使用了厚度为 160 mm 的板材。又有研究表明, 根据残留放射能的计算结果显示, 当 Ti 中同时

含有 V 和 Cr 时, 近 α 钛合金材料将具有最大的放射剂量衰变速度^[9,10]。显然, Ti-Al-V-Cr 系近 α 钛合金更适用于核反应堆结构部件。

对于新设计的合金来说, 热变形参数中变形温度和应变速率的选择非常关键, 研究该合金在不同温度和应变速率下的流变行为, 对于掌握其在高温下的流变特性, 获得合理的热加工工艺参数, 对新合金的推广应用具有重要意义。

本实验对核反应堆耐压壳体用钛合金添加了 0.7%Cr 元素进行强化, 以锻态 Ti-5Al-3V-3Zr-0.7Cr 合金为研究对象, 进行恒温等应变速率热压缩模拟实验, 获得不同温度和应变速率下的应力-应变曲线。利用光学显微镜 (OM) 和透射电镜 (TEM) 观察变形前后合金的宏、微观组织, 确定该合金的高温流变行为和组织演变与变形工艺参数之间的对应关系, 并分析其微观变形机制, 为后续板材轧制加工工艺的优化提供参考。

1 实验

实验采用的 Ti-5Al-3V-3Zr-0.7Cr 合金的主要化学成分如表 1 所示。金相法测得其 $\alpha+\beta/\beta$ 相变点为 927 °C, 材料经 950 °C 保温 1 h 空冷, 金相组织如图 1 所示。可以看出, 热压缩前原始组织为粗大的魏氏组织,

收稿日期: 2018-06-07

基金项目: 陕西省重点科技创新团队计划项目 (2016KCT-27); 陕西省国际合作与交流项目 (2016KW-060)

作者简介: 赵彬, 男, 1976 年生, 博士生, 西北工业大学材料学院, 陕西 西安 710072, 电话: 029-86250729, E-mail: zhaobin_51@126.com

表 1 Ti-5Al-3V-3Zr-0.7Cr 合金主要化学成分
Table 1 Chemical composition of Ti-5Al-3V-3Zr-0.7Cr alloy (wt%)

Al	V	Zr	Cr	Fe	Ti
4.85	2.63	2.9	0.7	0.02	Bal.

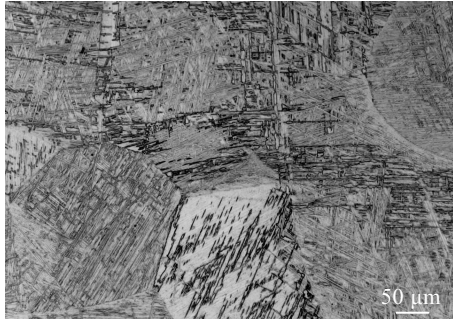


图 1 Ti-5Al-3V-3Zr-0.7Cr 合金的组织

Fig.1 Initial microstructure of Ti-5Al-3V-3Zr-0.7Cr alloy

原始 β 晶粒尺寸约为 $450 \mu\text{m}$, 组织中晶界 α 相片层平直, 晶内 α 相呈交织网状分布, 晶界和晶内 α 片层平均厚度约 $1 \mu\text{m}$ 。

等温恒变速率压缩实验在 Gleeble-3800 型热模拟试验机上进行。从 $\Phi 16 \text{ mm}$ 轧制棒材上截取 $\Phi 8 \text{ mm} \times 12 \text{ mm}$ 圆柱体试样。压缩变形温度分别为 $750, 800, 850, 900, 950 \text{ }^\circ\text{C}$, 应变速率为 $0.001, 0.01, 0.1, 1 \text{ s}^{-1}$,

变形量为 50% 。实验采用真空感应加热, 升温速率为 $3 \text{ }^\circ\text{C/s}$, 升温至变形温度后保温 120 s 以保证试样的温度均匀化。热变形完成后立即空冷, 然后沿着平行于压缩轴方向将试样切割成两部分, 制备金相试样。采用 $10\% \text{ HF}:30\% \text{ HNO}_3:60\% \text{ H}_2\text{O}$ 腐蚀剂对试样进行腐蚀, 并采用奥林巴斯 PMG 3 卧式光学显微镜和 EM-200GX 型透射电镜观察和分析压缩实验前后合金宏观组织和微观组织。

2 结果与分析

2.1 真应力-应变曲线

因近 α 型钛合金热变形能力强, 轧制的热变形温度范围设置在相变点以下为 $750\sim 900 \text{ }^\circ\text{C}$ 。图 2 为合金在不同压缩变形条件下的真应力-应变曲线。从图 2 的真应力-应变曲线可知, 合金在变形温度 $750\sim 900 \text{ }^\circ\text{C}$, 呈现典型的单峰曲线。在不同应变速率 ($0.001\sim 1 \text{ s}^{-1}$) 下变形时, 初始变形阶段为加工硬化, 并迅速达到峰值应力。当应力-应变曲线出现单一峰值后, 流变软化作用开始大于加工硬化作用。当流变软化作用与加工硬化作用达到平衡后, 应力-应变曲线上出现了稳态流变, 即随着应变量的增加, 真应力基本保持在稳定值。峰值应力和流变应力随着变形温度的升高和应变速率的减小而降低, 即在变形温度较低 ($750 \text{ }^\circ\text{C}$) 时, 曲线尖峰明显, 峰值应力较大, 当应力达到峰值后缓慢

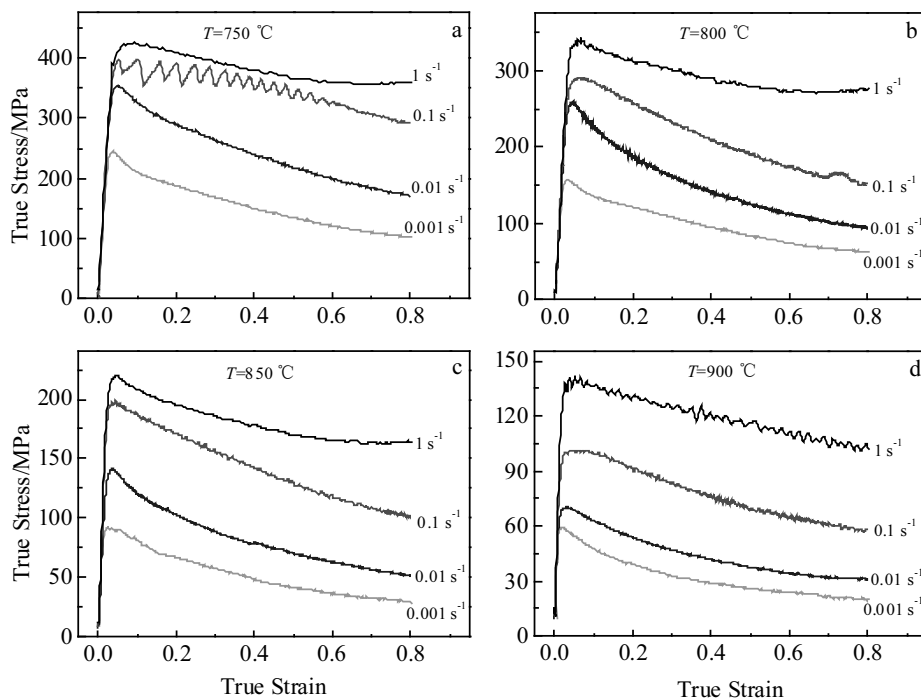


图 2 合金在不同压缩变形条件下的真应力-应变曲线

Fig.2 True stress-strain curves under different deformation conditions: (a) $750 \text{ }^\circ\text{C}$, (b) $800 \text{ }^\circ\text{C}$, (c) $850 \text{ }^\circ\text{C}$, and (d) $900 \text{ }^\circ\text{C}$

下降 (图 2a)。当变形温度较高时 (800~850 °C), 应力峰值普遍较低。随着应变增加, 应力值迅速下降, 在累积应变达到 0.6 以上时, 流变应力就趋于稳定 (见图 2b 和图 2c)。从整体来看, 低应变速率下 (0.1~0.001 s⁻¹), 随热变形温度提高, 应力减小很快, 迅速达到稳态值, 说明稳态应力受温度的影响较大; 高应变速率 (1 s⁻¹) 下, 随着温度升高, 合金的峰值应力减小比较明显, 说明高应变速率下, 峰值应力受热变形温度的影响较大。当变形温度一定时, 合金的流变应力随应变速率的减小而下降。高温和低应变速率条件下, 动态回复和动态再结晶等软化过程和加工硬化快速达到平衡, 热塑性流变阶段趋于平稳, 如 900 °C/0.001 s⁻¹。

一般来说, 根据合金在某一温度的峰值应力可计算出该合金在此温度下的最高变形抗力, 可为实际热变形工艺提供参考, 尤其是在选择热加工设备的吨位上。表 2 给出了该合金与其他近 α 钛合金在 800 °C/0.01 s⁻¹ 的峰值应力。从表中可以看出, 该合金的峰值应力比 BT20 合金的峰值应力大, 但比 Ti-6Al-2Zr-1Mo-1V 的峰值应力要小, 那么该合金在 800 °C 时的热变形抗力要比 Ti-6Al-2Zr-1Mo-1V 小, 显然其在两相区更容易热变形。

变形温度是影响合金变形抗力的主要工艺参数。图 3 所示为合金的等温压缩峰值应力和软化应力与变形温度之间的关系。从图中可以看出, 随着温度升高, 峰值应力降低。应变速率越小, 峰值减小的趋势越平缓 (图 3a); 而从图 3b 可见, 随着温度的提高, 软化应力逐渐减小, 但不同应变速率的软化应力曲线的斜率不同, 这说明软化应力对应变速率的变化敏感度不同。根据 Arrhenium 方程, 建立合金的本构模型后求出该合金的热激活能为 548.74 kJ·mol⁻¹, 远大于纯 α 钛的自扩散激活能 (204 kJ·mol⁻¹) 和纯 β 钛的自我扩散激活能 (161 kJ·mol⁻¹), 说明变形是由高温扩散以外的过程控制。而该合金的热激活能与 Dong^[13] 所测试的近 α 钛合金 TA15 的热激活能 597 kJ·mol⁻¹ 较为接近, 但数值更小, 说明该合金比 TA15 合金更容易变形。

2.2 合金的加工硬化与动态再结晶

一般来说, 动态再结晶发生的临界条件通常采用组织观察法或应力-应变法来确定。然而值得注意的

表 2 近 α 钛合金在 800 °C/0.01 s⁻¹ 的峰值应力
Table 2 Peak stress values of near α type Ti alloys at 800 °C/0.01 s⁻¹

Alloy	Peak stress/MPa
Present alloy	256
BT20 ^[11]	175
Ti-6Al-2Zr-1Mo-1V ^[12]	265

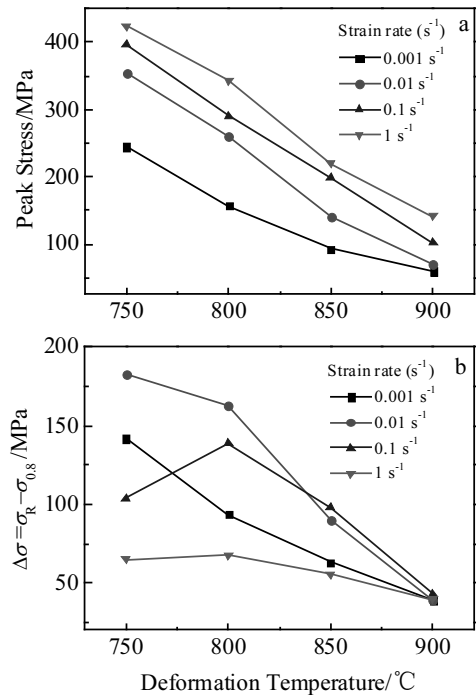


图 3 合金峰值应力与软化应力随温度变化的曲线
Fig.3 Peak stress (a) and softening stress (b) of Ti-5Al-3V-3Zr-0.7Cr alloy changed with temperatures

是, 组织观察法需要大量的试样, 容易浪费材料, 且确定新晶粒形成的临界条件的精确度较低。近年来, 越来越多的材料工作者提出利用加工硬化率 (θ) 来确定临界条件 ($\theta = \partial\sigma / \partial\varepsilon$)。通过对应力-应变数据的处理, 建立 θ - ε 和 σ - ε 关系, 根据 P-J 法^[14] 确定动态再结晶过程的临界点, θ - ε , σ - ε 曲线的拐点的横坐标即对应动态再结晶开始发生的 ε_c 与 ε_p , 如图 4a 所示。根据所有的应力-应变曲线得到所有的 ε_c 和峰值应变 ε_p , 同时拟合得到两者之间的关系如下 (如图 4b):

$$\varepsilon_c = 0.84\varepsilon_p \quad (1)$$

而钢的 $\varepsilon_c = 0.65\sim 0.85\varepsilon_p$ ^[15], Ti-42Al-8Nb-0.2W-0.1Y 合金的 $\varepsilon_c = 0.92\varepsilon_p$ ^[16]。显然, 该合金的系数更接近于钢的系数, 而临界应变与峰值应变之间的差值越大, 说明再结晶时间越长, 再结晶越充分。

一般来说, 在热变形过程中, 位错密度随着变形量的增长而上升。当金属内部的位错密度达到一定程度时, 积累的畸变能足够大而导致再结晶形核。发生动态再结晶时, 金属内部大量位错随着再结晶核心的大角度晶界迁移而消除。当动态再结晶开始时, 材料逐渐发生软化, 但少量的再结晶并不能使整个试样软化, 所以要经历适量变形后流变曲线才会下降。从再结晶开始到完成需要经历一段时间, 与此同时变形继

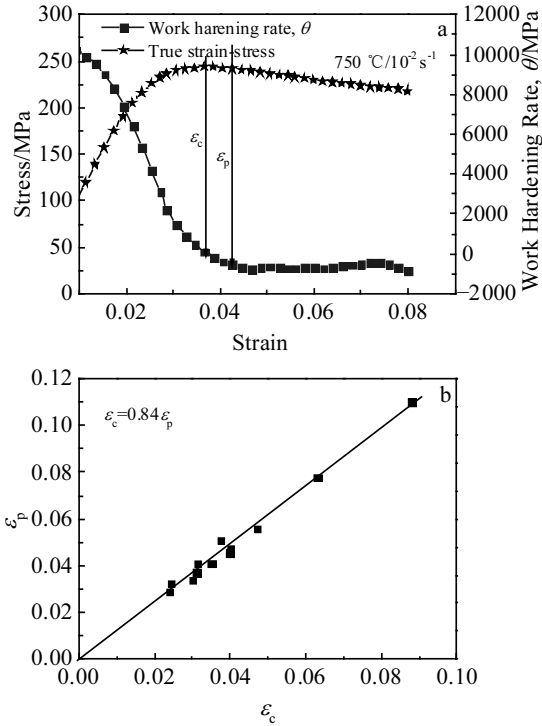


图 4 合金在 750 °C/10⁻² s⁻¹ 下的应力-应变和加工硬化率-应变曲线及合金的峰值应变与再结晶临界应变之间的关系曲线
 Fig.4 Flow stress-strain curve and corresponding work hardening rate-strain curve under 750°C/10⁻² s⁻¹ (a); the relation curve between the peak strain and the critical strain about the dynamic recrystallization (b)

继续进行。如果要了解该合金在热变形过程中的动态再结晶发生程度，还需要计算再结晶体积分数 $X^{[17]}$ ：

$$X_{DRX} = \frac{\sigma_p - \sigma}{\sigma_p - \sigma_{ss}} (\sigma_p < \sigma < \sigma_{ss}) \quad (1)$$

式中， σ_p 代表峰值应力， σ_{ss} 代表稳态应力， σ 代表流变应力。

通过上述公式，计算出合金的再结晶曲线（图 5 所示）。对比图 5a 与图 5b，与应变速率相比，再结晶体积分数受变形温度的影响较大。此外，在不同的热变形条件下，该合金动态再结晶的孕育期略有差别。随着温度的降低，该合金再结晶发生的较为缓慢，需要经过适量变形，再结晶孕育期较长（图 5a）；而应变速率越低，越容易发生动态再结晶，其孕育期较短（图 5b）。与合金的加工硬化曲线相比，再结晶曲线与硬化曲线刚好相反，随着应变增加，再结晶体积分数增加，而加工硬化率逐渐减小。从整体来看，随着温度和真应变增加，再结晶体积分数呈“S”型增加。这是由于金属变形初期，首先经历弹性阶段，之后其硬化机制占主导地位，此时金属内部储能能不断累积，

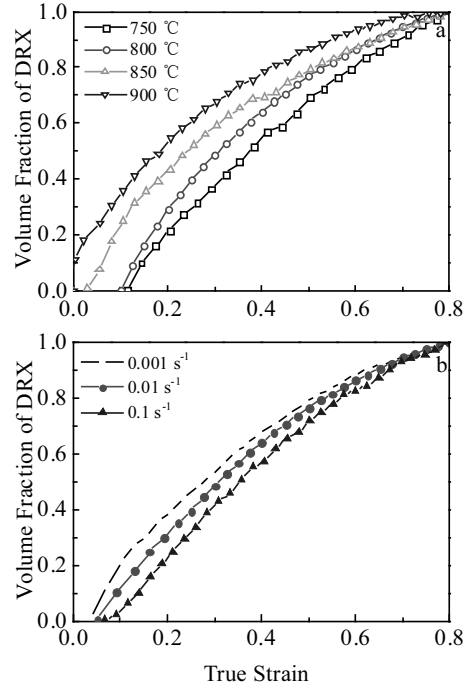


图 5 合金再结晶曲线

Fig.5 Dependence of recrystallized fraction on strain for the present alloys at different temperatures (10⁻¹ s⁻¹) (a) and different strain rates (800 °C) (b)

但并不足以使金属发生动态再结晶，此阶段动态再结晶曲线增长缓慢。之后随着变形的增加，金属内部位错增值，为再结晶过程提供了足够的能量，使得再结晶体积分数增长加快，变形后期，金属内部再结晶过程基本完成，其软化机制与硬化机制达到动态平衡，动态再结晶曲线增长减缓，因此合金动态再结晶体积分数曲线呈“S”型增加，这与 Ti-6Al-2Zr-1Mo-1V 合金的再结晶曲线类似^[18]。

2.3 合金的热加工图及分析

根据热加工图理论及构建方法，建立了合金在真应变 0.4 和 0.6 下的热加工图，如图 6 所示。

在真应变为 0.4 时（图 6 a），高应变速率下，合金易于失稳。随着变形量的增加（图 6 b），高应变速率的影响增加，热变形失稳区域增加。在 0.01 s⁻¹ 应变速率下的 850~900 °C 这个区域内出现了功率损耗因子 η 的峰值（70 和 73），并没有出现在应变速率最小的地方，这说明达到一定的应变速率后，材料的累计变形足够，则容易进行热变形。同时，考虑到该合金的 T_β 为 914 °C，在接近相变点变形，热激活能较低且容易发生 $\alpha \rightarrow \beta$ 转变，当采用锻造、轧制等高应变速率方法进行热加工时，合金更容易发生动态再结晶，细化合金组织。

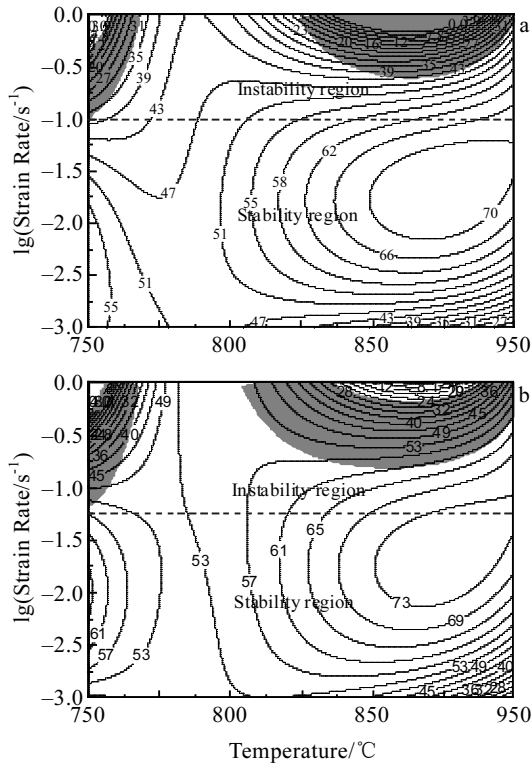


图 6 合金的热加工图

Fig.6 Processing maps of Ti-5Al-3V-3Zr-0.7Cr titanium alloy at various true strains: (a) 0.4 and (b) 0.6 (the numbers represent percent efficiency of power dissipation)

根据该合金热加工图中功率耗散因子的分布规律,发现在高应变速率($\geq 0.1 \text{ s}^{-1}$)区,合金容易失稳。降低应变速率($\leq 0.1 \text{ s}^{-1}$),合金再结晶增加,功率耗散因子数值增加,合金更易于变形。热加工图中,耗散因子高的区域用于组织演变的能量高,则合金的热加工性较好。然而值得注意的是,高温下随着应变速率继续减小,耗散因子反而减小(如 $900 \text{ }^\circ\text{C}/0.001 \text{ s}^{-1}$),这与组织内的再结晶体积分数有关。非常低的应变速率下(0.001 s^{-1}),合金组织已经完全再结晶,等轴组织较多,继续变形需要的抗力增加,因此不建议在高温过低的应变速率下热加工。因此基于变形组织优化的考虑,最佳的热加工工艺为 $750 \text{ }^\circ\text{C}/0.001\sim 0.01 \text{ s}^{-1}$ 和 $850\sim 900 \text{ }^\circ\text{C}/0.01\sim 0.1 \text{ s}^{-1}$ 。

图 7 示出了真应变为 0.4 和 0.6 时合金耗散效率峰值附近对应的组织。从图中可以看出,应变小, α 片层互相交错(图 7a),间距缩小,部分片层合并、粗化,形成新的亚晶(图 7a 箭头所示);另一部分片层由于应力集中,被破碎,或被楔入另一个粗片层,使粗片层断裂,球化,直至形成一个新的晶粒。随着应变增大至 60%,位错密度提高,等轴晶粒数量增

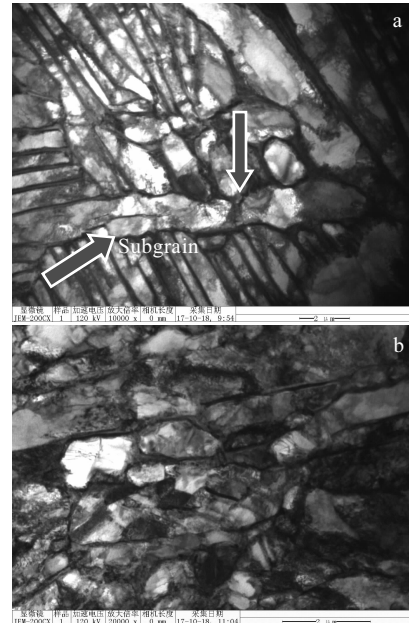


图 7 不同变形条件下合金的 TEM 显微组织

Fig.7 TEM microstructures for the alloy at the strain rate of 0.1 s^{-1} and $875 \text{ }^\circ\text{C}$: (a) deformation zone ($\epsilon=40\%$) and (b) newly recrystallized gamma grains at grain boundary ($\epsilon=60\%$)

加(图 7b)。 α 片层破碎程度随着应变量的增加而增大。小变形量时,晶粒破碎占主导地位,大变形量时,再结晶占主导地位。

3 结论

- 1) 低应变速率下 ($0.1\sim 0.001 \text{ s}^{-1}$), Ti-5Al-3V-3Zr-0.7Cr 合金的稳态应力受温度的影响较大;高应变速率 (1 s^{-1}) 下,合金的峰值应力受热变形温度的影响较大。与同类合金相比,本合金在 $800 \text{ }^\circ\text{C}/0.01 \text{ s}^{-1}$ 峰值应力小,更容易加工,其热激活能为 $548.74 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ 。
- 2) 合金的动态再结晶的临界应变与峰值应变之间成线性关系;临界应变 ϵ_c 是峰值应变 ϵ_p 的 0.84 倍。
- 3) 随变形温度和真应变增加,再结晶体积分数呈“S”型增加。与应变速率相比,再结晶体积分数受变形温度的影响更大。
- 4) Ti-5Al-3V-3Zr-0.7Cr 合金最佳的热加工工艺为 $750 \text{ }^\circ\text{C}/0.001\sim 0.01 \text{ s}^{-1}$ 和 $850\sim 900 \text{ }^\circ\text{C}/0.01\sim 0.1 \text{ s}^{-1}$ 。

参考文献 References

[1] Davis J W. *Journal of Nuclear Materials*[J], 1999, 271-272: 532
 [2] Jones R H, Heinisch H L, McCarthy K A. *Journal of Nuclear Materials*[J], 1999, 271-272: 518

- [3] Han Zhiyu(韩志宇), Xu Wei(徐伟), Liang Shujin(梁书锦) *et al. Titanium Industry Progress(钛工业进展)*[J], 2015, 32(3): 7
- [4] Jarvis O N. *Selection of Low-activity Elements for Inclusion in Structural Materials for Fusion Reactors, AERE-R10469*[R]. Culham, Oxfordshire: United Kingdom Atomic Energy Authority, 1982
- [5] Kozhevnikov O A, Nesterova E V, Rybin V V *et al. Journal of Nuclear Materials*[J], 1999, 271-272: 472
- [6] Marmy P, Leguey T, Belianov I *et al. Journal of Nuclear Materials*[J], 2000, 283-287: 602
- [7] Pranesh G, Dey G K. *Journal of Nuclear Materials*[J], 2015, 457: 205
- [8] Gorynin Igor V, Ushkov Stal S, Miahaylov Valdimir I. *Proceedings of the 11th world conference on Titanium*[C]. Kyoto: The Japan Institute of Metals, 2007: 1617
- [9] Davis J W, Smith D L. *Journal of Nuclear Materials*[J], 1979, 85-86: 71
- [10] Бахметьев А М, Сандлер Н Г, Былов И А. *Арктика: Экология и Экономика*[J], 2013, 3: 97
- [11] Shu Ying(舒滢), Zeng Weidong(曾卫东), ZhouJun(周军) *et al. Materials Science and Technology(材料科学与工艺)*[J], 2005, 13(1): 66
- [12] Liu Yong, Zhu Jingchuan, Wang Yang *et al. Mater Sci Eng A*[J], 2008, 490(1-2): 113
- [13] Dong X J, Lu S Q, Li X *et al. T Mater Heat Treat*[J], 2010, 31: 34
- [14] Poliak E I, Jonas J J. *Acta Mater*[J], 1996, 44(1): 127
- [15] Sellars C M. In: Sellars C M, Davies G J eds. *Proceedings of the International Conference on Hot Working and Forming Processes*[C]. London: IMS, 1980: 3
- [16] Cheng L, Chang H, Tang B *et al. J Alloy Compd*[J], 2013, 552: 363
- [17] Mirzadeh H, Najafzadeh A. *Mater Sci Eng A*[J], 2010, 527(7-8): 1856
- [18] Outang D L, Wang K L, Cui X. *Trans Nonferrous Met Soc China*[J], 2012, 22(4): 761

Hot Deformation Behavior of Ti-5Al-3V-3Zr-0.7Cr Titanium Alloy as a Candidate Material for Pressure Hull of Fusion Reactor

Zhao Bin^{1,2}, Zhao Yongqing², Hou Zhimin², Luo Yuanyuan², Zhang Wen², Zhang Pingxiang², Wu Jinping²

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

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

Abstract: The isothermal hot compression experiment of Ti-5Al-3V-3Zr-0.7Cr alloy melted by VAR melting three times was performed by Gleeble-3800 thermo-simulation machine. High-temperature deformation and recrystallization behaviors of the as-cast alloy were studied over a wide range of strain rate (0.001 to 1.0 s⁻¹) and temperature (750 to 900 °C). The results show that the flow curves for the current alloy firstly exhibits sharp peaks at low strain levels revealing pronounced work hardening, and then drops rapidly after peak stress presenting the soft characteristics. The flow stress decreases with decreasing the strain rate or increasing the temperature. Dynamic recrystallization (DRX) is the major softening mechanism. The relationship between the critical strain and the peak strain of DRX is linear. Based on the conventional recrystallized fraction curves, the recrystallized volume fraction grows as an “S” shape with the increasing the deformation temperature and the true strain. Processing maps were established under different deformation conditions, and the optimal condition for hot work on this material was determined to be 750 °C/0.001~0.01 s⁻¹ and 850~900 °C/0.01~0.1 s⁻¹

Key words: titanium alloy; hot deformation behavior; dynamic recrystallization characteristics; processing map

Corresponding author: Zhao Bin, Candidate for Ph. D., School of Materials Science and Engineering, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, P. R. China, Tel: 0086-29-86231078, E-mail: zhaobin_51@126.com