

细小等轴 α 相对 Ti-55531 合金静态再结晶行为的影响

王凯旋¹, 王涛^{1,2}, 邵晖³, 单迪³, 蔡璐璐³, 孙峰¹, 刘向宏¹

(1. 西部超导材料科技股份有限公司 特种钛合金材料制备技术国家地方联合实验室, 陕西 西安 710018)

(2. 西北工业大学, 陕西 西安 710072)

(3. 西安理工大学, 陕西 西安 710048)

摘要: 初始等轴组织 Ti-55531 合金在相变点以上经过 0.01、0.1、1 s⁻¹ 不同应变速率的等温压缩变形, 随后进行 750 °C × 5 min/AC 热处理。采用扫描电子显微镜和透射电子显微镜研究了后续热处理时变形 α 相和基体 β 相的静态再结晶机理。结果表明, 随着应变速率的升高, 残留等轴 α 相的含量增加。变形合金中拉长 α 相在经过热处理后有球化现象, 同时在强度相对较高的拉长 α 相端部的基体 β 相中, 位错储能较高, 有助于 β 相再结晶形核和空冷过程中局部高密度次生 α 相析出。

关键词: 钛合金; α 相; β 相; 再结晶

中图分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1009-9964(2020)06-001-06

Effect of Fine Equiaxed α Phase on Static Recrystallization Behavior of Ti-55531 Alloy

Wang Kaixuan¹, Wang Tao^{1,2}, Shao Hui³, Shan Di³, Cai Lulu³, Sun Feng¹, Liu Xianghong¹

(1. Western Superconducting Technologies Co., Ltd., National and Local Joint Engineering Laboratory of Special Titanium Alloy Preparation Technology, Xi'an 710018, China)

(2. Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

(3. Xi'an University of Technology, Xi'an 710048, China)

Abstract: The initial equiaxed Ti-55531 alloy has been carried out the isothermal compression deformation with 0.01, 0.1 and 1 s⁻¹ above the phase transformation point, and heat treatment at 750 °C × 5 min/AC. The scanning electron microscope and transmission electron microscope technologies were used to investigate the static recrystallization of deformed α and matrix β phases during subsequent heat treatment. The results show that the content of residual equiaxed α phase increase with the increase of strain rate. The spheroidization behavior of elongated α phase in the deformed alloy occurs after heat treatment. Meanwhile, the dislocation storage energy within β phase is large at the end of the elongated α phase with relative high strength, which facilitates the β recrystallization and nucleation and improved the local high-density secondary α -phase precipitation during air cooling.

Key words: titanium alloy; α phase; β phase; recrystallization

Ti-55531 合金 (Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-1Zr) 是俄罗斯 VSMPO 公司与欧洲空客公司合作开发的新型亚稳 β 钛合金^[1,2], 具有高强度、高断裂韧性和良好淬透

性, 可用于制造大型飞机机翼、挂架的连接装置和起落架。此外, 该合金不含有 Fe 元素, 在熔炼过程中可避免产生 Fe 元素偏析。

已有研究表明, 晶界迁移率明显依赖热处理温度的变化, 随着加热温度升高, 高迁移速率晶界依次为与偏转 Goss(110) <227> 呈 $\Sigma 5$ 关系的晶界^[3]、与 Goss 晶粒呈 $\Sigma 9$ 关系的晶界和随机晶界^[4]。前期研究发现, 在相变点以上进行热处理, 随着保温时间的增加大尺寸 Goss 晶粒被周围的一些晶粒蚕食,

收稿日期: 2020-07-04

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51501150); 陕西省教育厅自然科学基金专项项目(16JK1570); 陕西省自然科学基金基础研究计划资助项目(2020JM-461); 西安市碑林区科技计划资助项目(GX2034)

通信作者: 王凯旋(1977—), 男, 博士, 高级工程师。

晶粒发生再结晶细化现象。除了上述热处理参数对合金 β 静态再结晶的影响,值得注意的是变形合金 α 相周围存在 β 晶格畸变区诱发Cube再结晶晶粒含量增加,初始Goss织构含量相对减小^[5]。同时,Qiu等人^[6]对热处理冷却过程中畸变区位错诱发 α 相析出行为进行理论模拟,认为 α 相惯习面平行刃型位错或垂直螺型位错线长大,并且螺型位错能够诱发高密度 α 相取向选择。随着冷却过冷度的减小,螺型位错诱发 α 相析出长大的作用逐渐减小,合金元素沿滑移面上位错快速扩散是析出 α 相形核和长大的主要因素^[7]。杜娟等人^[8]进一步研究认为, α 相在 β 母相中析出存在激发形核长大的机理,析出相在已经形成的析出相与母相的界面形核,两者存在近Burgers关系,即位错诱发 α 析出相在周围母相造成一定应力场,从而激发特定 α 相形核并长大。因此,合金中第二相硬质 α 颗粒和较软基体 β 相变形不协调,共同影响 β 晶粒再结晶和次生 α 析出行为,亟需确立这些现象与变形参数的内在关联。

细小 β 晶粒再结晶和 α 相析出机理是高强钛合金协调改善高强度和高塑性的基础。本研究以Ti-55531合金为对象,首先对不同应变速率变形条件下等轴组织合金进行两相区短时处理,研究合金中相的再结晶形核机理,然后通过电子背散射衍射技术对合金中相尺寸、取向和界面进行初步表征,分析初始细小等轴 α 相周围 β 晶格畸变对变形 β 基体再结晶和次生 α 相析出行为的影响规律,期望实验结果能为高强钛合金综合力学性能调控提供理论基础和实验依据。

1 实验

实验材料为两相区终锻获得的 $\phi 260$ mm Ti-55531合金棒材,化学成分(质量分数)为:Al 5.02%, Mo 5.07%, V 4.98%, Cr 2.99%, Zr 1.37%, 余量为Ti和不可避免的杂质。金相法测得合金相变点为 (840 ± 5) °C。

首先采用线切割沿着棒材拔长方向切割出 $\phi 10$ mm \times 15 mm的圆柱坯料。在氮气保护下,采用Gleeble-3800热模拟试验机进行等温压缩试验,应变速率为0.01、0.1、1 s⁻¹,应变量为75%。在试样表面中间部位焊接热电偶,测量试验过程中的温度变化。试样两端垫有石墨片,以防止压头与试样粘连。试样固定好后,加热到900 °C并保温3 s,然后

进行压缩试验,变形完成后立即水冷,以保留高温变形组织。将变形合金置于管式炉中进行750 °C \times 5 min/AC短时热处理。热处理后的试样通过线切割从中间切开,取纵向截面中心部位加工成金相样品。

金相样品依次在200[#]、400[#]、800[#]、1000[#]和2000[#]砂纸上进行粗磨和细磨,然后进行抛光和腐蚀。所用腐蚀液为HF、HNO₃和H₂O按体积比1:2:5混合而成。通过电子背散射衍射技术(EBSD)和JSM-6301F场发射扫描电镜(SEM)对合金组织形貌进行观察。采用JEM-3010透射电镜(TEM)对合金相析出行为进行分析。制备TEM片状样品所用的双喷腐蚀液为高氯酸、甲醇按体积比5:95混合而成。双喷时温度为 $(-20 \sim -30)$ °C,电压为25 V。

2 结果与分析

2.1 等温压缩变形Ti-55531合金的组织形貌

图1为Ti-55531合金经过0.01、0.1、1 s⁻¹高温压缩变形后的显微组织。随着应变速率由1 s⁻¹减小到0.01 s⁻¹,残留细小等轴 α 相的含量逐渐减少(图1a~1c),这是因为较低的应变速率延长了变形时间,促进 α 相向 β 相转变,同时基体 β 相晶界明显形成(图1d)。进一步研究表明,0.1 s⁻¹和1 s⁻¹变形后合金 β 基体和细小等轴 α 相中存在高密度位错,特别是在1 s⁻¹变形合金中 α 相和 β 相变形不协调,导致 β 晶格畸变诱发针状马氏体形成(图1e、1f),这与文献[9]研究结果一致。图2为局部变形诱发马氏体相的TEM照片。从图2中针状马氏体相的衍射斑点标定结果可以看出,该相为斜方马氏体 α'' 相。尽管在高应变速率下合金内部产生的热没有足够的时间向外界传导,提高了基体 β 相的稳定性,然而细小等轴 α 相周围局部存在高的晶格畸变,提高了相变非热激活驱动力,促使马氏体相变。

2.2 变形Ti-55531合金 β 相静态再结晶行为研究

图3为Ti-55531合金在不同应变速率下变形再经热处理后的欧拉图,图4为与欧拉图对应的 β 相晶界分布图。随着应变速率由0.01 s⁻¹增加到1 s⁻¹,合金中的小角度 β 晶界含量变化趋势为:37.8% \rightarrow 85.6% \rightarrow 97.8%。图5为不同应变速率下变形Ti-55531合金的再结晶形貌和局部取向差图。相应的再结晶 β 晶粒含量的变化为:9.6% \rightarrow 23.8% \rightarrow 4.78%。值得注意的是,在应变速率为1 s⁻¹变形合金中,变形能主要储存在 α 相及 α 相和 β 相变形不

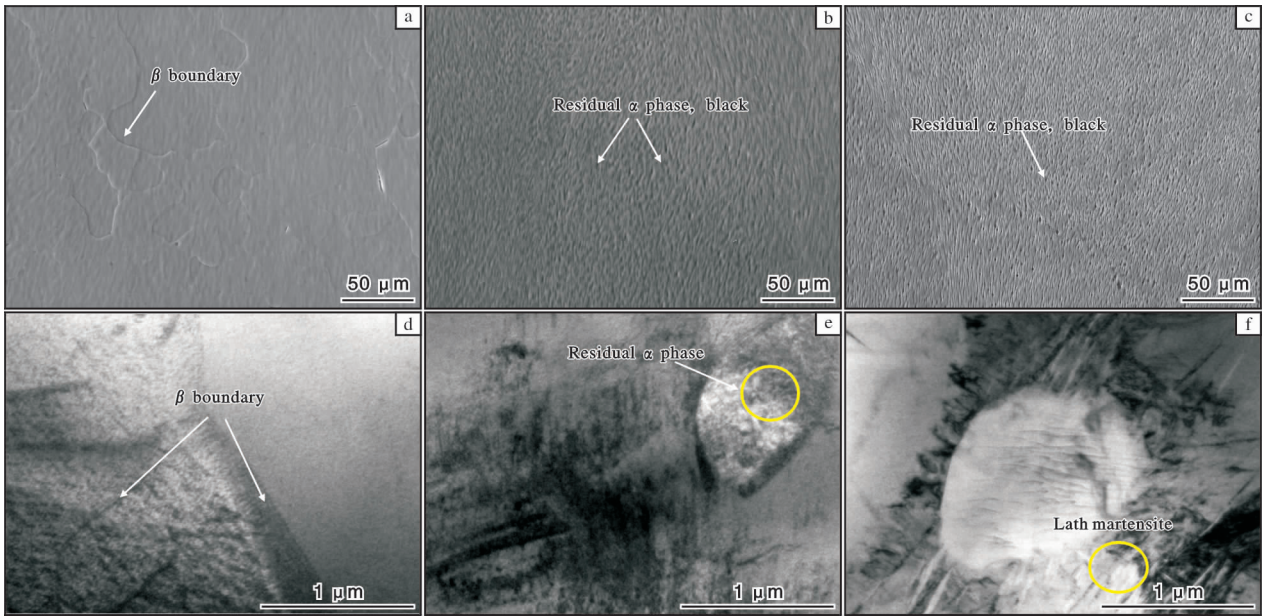


图 1 不同应变速率下变形 Ti-55531 合金的显微组织

Fig. 1 Microstructures of deformed Ti-55531 alloy with different strain rates: (a) 0.01 s^{-1} , SEM; (b) 0.1 s^{-1} , SEM; (c) 1 s^{-1} , SEM; (d) 0.01 s^{-1} , TEM; (e) 0.1 s^{-1} , TEM; (f) 1 s^{-1} , TEM

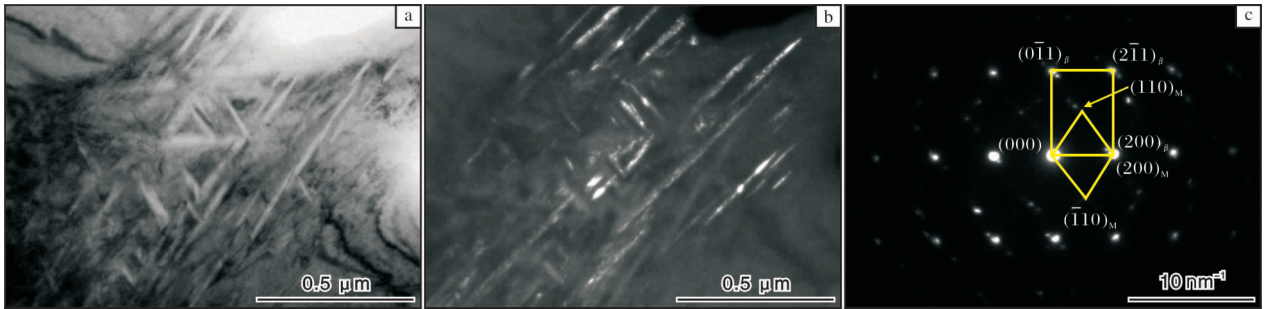


图 2 局部变形诱发马氏体相的 TEM 照片

Fig. 2 TEM images of martensite transformation induced by local deformation: (a) bright-field image; (b) dark-field image; (c) the corresponding SAED pattern

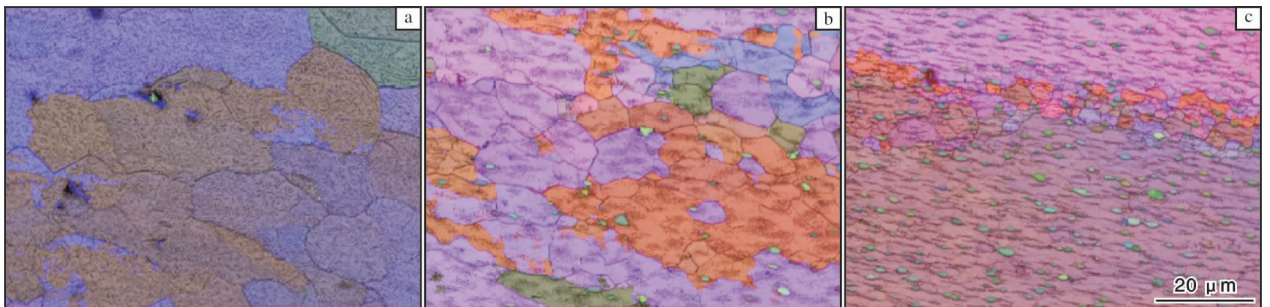


图 3 不同应变速率下变形 Ti-55531 合金的欧拉图

Fig. 3 Euler maps of deformed Ti-55531 alloy with different strain rates: (a) 0.01 s^{-1} ; (b) 0.1 s^{-1} ; (c) 1 s^{-1}

协调导致的局部点阵畸变中，促使变形态晶粒含量增加，再结晶晶粒含量减小(图 5c、5f)。因此，随着应变速率增加，合金中残余位错畸变能分布位置

的转变模式为： β 相内部 $\rightarrow\beta$ 亚晶界附近 \rightarrow 拉长 α 相两端(图 5d ~ 5f)。这也导致热处理空冷后位错诱发细小次生 α 相在上述位置大量析出，如图 6 所示。

在 $850\text{ }^{\circ}\text{C}/0.001\text{ s}^{-1}$ 压缩变形时, Zhao 等人^[10]也发现在 Ti-5553 合金中 α 相沿着拉长 β 相界高密度析出, 呈现短棒状和/或微小球状的形貌分布。位错诱

发 α 相析出的三维相场模拟表明, 优先选择 α 相取向的惯习面(V1 和 V7)平行或几乎平行于刃性位错线, 而 V7、V10 和 V12 取向 α 相的惯习面几乎垂直

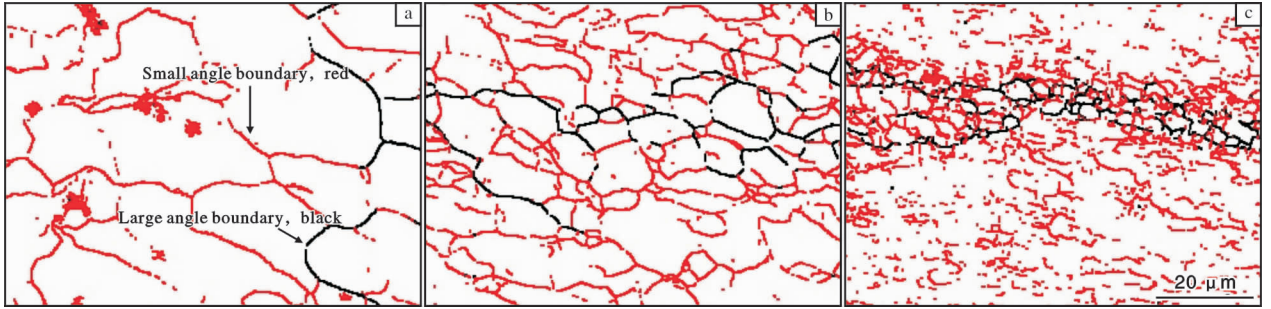


图4 不同应变速率下变形 Ti-55531 合金的 β 晶界角度分布图

Fig. 4 β grain boundary (d ~ f) of deformed Ti-55531 alloy with different strain rates: (a) 0.01 s^{-1} ; (b) 0.1 s^{-1} ; (c) 1 s^{-1}

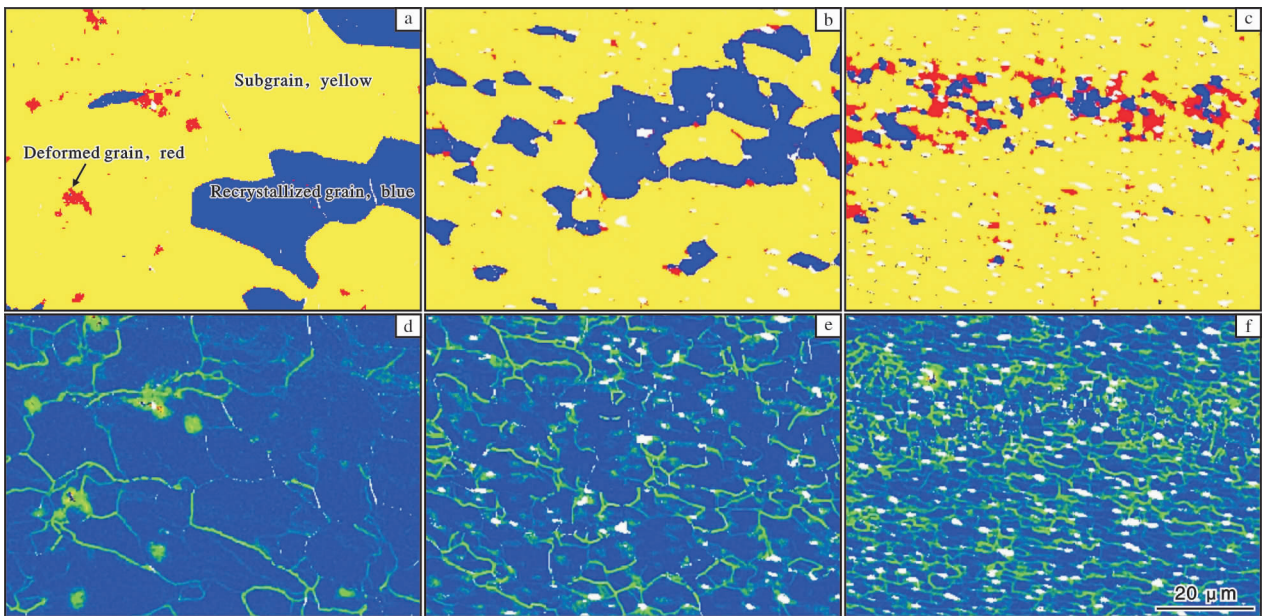


图5 不同应变速率下变形 Ti-55531 合金的再结晶形貌和局部取向差图

Fig. 5 Recrystallization maps (a ~ c) and local orientation maps (b ~ d) of Ti-55531 alloy with different strain rates: (a, d) 0.01 s^{-1} ; (b, e) 0.1 s^{-1} ; (c, f) 1 s^{-1}

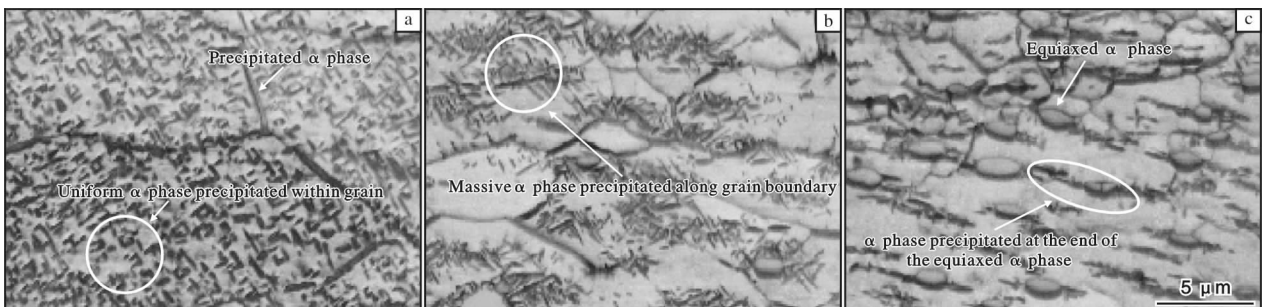


图6 不同应变速率下变形 Ti-55531 合金的次生 α 相析出形貌和位置

Fig. 6 Secondary α phase precipitation morphologies and positions of deformed Ti-55531 alloy with different strain rates: (a) 0.01 s^{-1} ; (b) 0.1 s^{-1} ; (c) 1 s^{-1}

螺旋位错线，具有 Burgers 关系的 α 相优先沿某些 β 晶粒的刃型位错生长^[6]。此外，新的次生 α 相形核受到优先析出 α 相析出的应力场影响，两者之间取向旋转角度约为 $60^\circ / \langle \bar{1}120 \rangle$ ^[2,8]。而且，由于受到位错诱发 α 相析出行为的影响，Ti-55531 合金中 α 相和 β 晶粒存在 $(\bar{1}120)_\alpha // (110)_\beta$ 晶体学关系^[11]。

2.3 细小等轴 α 相对变形合金再结晶机理的影响

在应变速率为 1 s^{-1} 时，变形 Ti-55531 合金的热处理组织中，细小等轴 α 相周围分布的晶界主要为小角度晶界 ($2^\circ \sim 15^\circ$) (图 7a)。位错诱发的点阵畸变

集中分布在拉长 α 相的周围 (图 7b)。本研究进一步对在图 7a 白色矩形框中 α 相的取向差进行了分析， β 相亚晶界上 α 相左端和右端的累计取向差 (point-to-origin) 约为 4° (图 7c)，有明显的差异，而 α 相上面和下面的累计取向差相对较小，约为 2.7° (图 7d)。第二相对合金基体相再结晶的研究表明，不同形状细小等轴 α 相周围的变形区分为取向差较小的旋转区和取向差较大的畸变区^[12]。

综上分析，在 α 相周围因较大变形产生点阵旋转区 (图 8a) 和应力诱发马氏体相形成 (图 2)，同时在

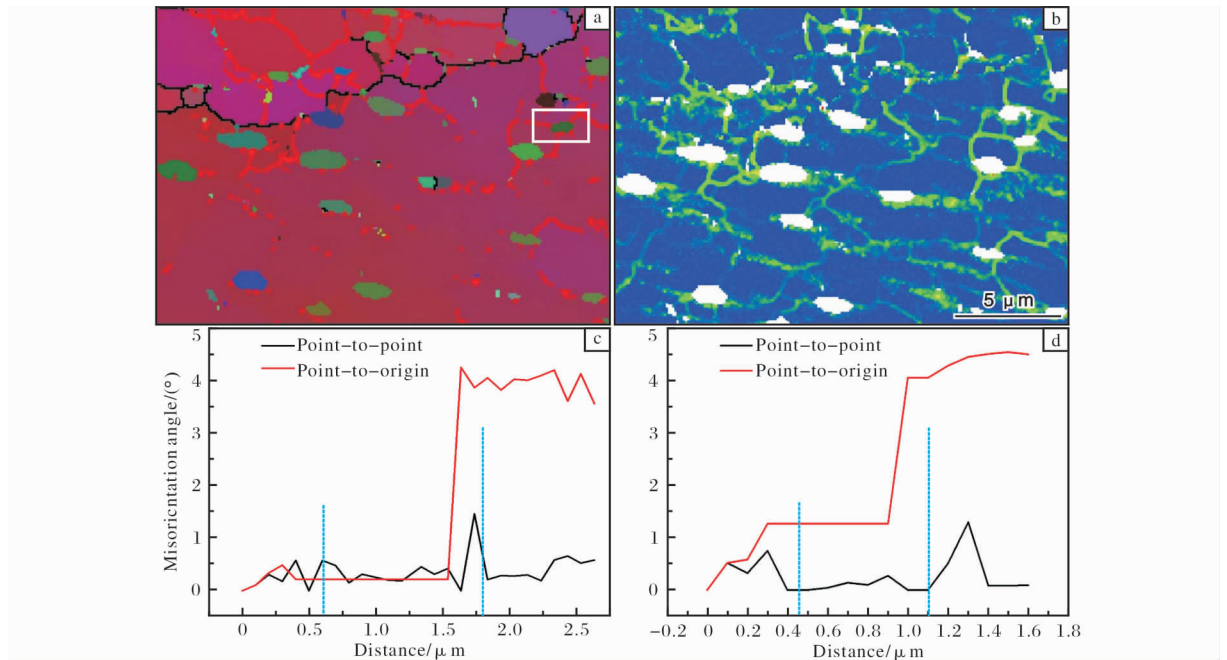


图 7 应变速率为 1 s^{-1} 下变形 Ti-55531 合金热处理后的 EBSD 图

Fig. 7 EBSD maps of deformed Ti-55531 alloy with strain rate 1 s^{-1} and annealed: (a) Euler graph; (b) local misorientation; (c) misorientation difference along the length of α phase in the white box; (d) the corresponding misorientation difference along the width of α phase

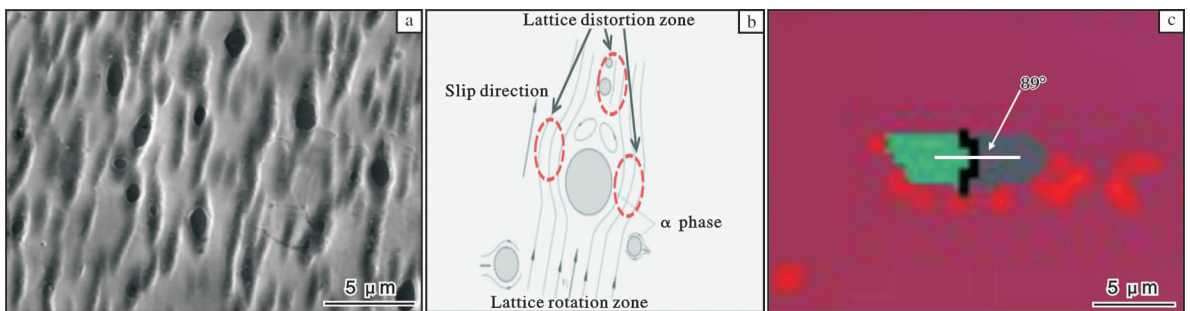


图 8 在应变速率为 1 s^{-1} 下变形时 Ti-55531 合金细小 α 相对合金再结晶的影响

Fig. 8 Influence of fine α phase on the recrystallization behavior in deformed Ti-55531 alloy with strain rate of 1 s^{-1} : (a) elongated α phase within β matrix; (b) diagram of β lattice rotation and distortion zones around α phase; (c) recrystallization of fine deformed α phase

点阵畸变区聚集了大量位错, 有较高的局部储能, 促进 β 亚晶界形成(图 8b), 也为后续热处理过程中细小次生 α 相的高密度析出提供了条件(图 6)。此外, 经过短时退火处理, 微区组织中初始细小等轴 α 相发生再结晶(图 8c), 拉长 α 晶粒(图 7a 中方框位置)被大角度晶界将分割成 2 个取向不同的晶粒, 二者的取向差为 89° , 转变为大角度晶界, 形成不同取向的再结晶晶粒。因此, 含有大量细小等轴 α 相的 Ti-55531 合金在应变速率为 0.1 和 1 s^{-1} 变形时, 经退火后分布在 β 相晶界和亚晶界上的等轴 α 相促进 β 相再结晶形核。特别是在 0.1 s^{-1} 应变速率下, Ti-55531 合金再结晶细化最好。因此, 预变形合金中适当的等轴 α 相在热处理过程中能够促进 β 再结晶细化, 有利于后续改善合金的力学性能。

3 结 论

(1) Ti-55531 合金在应变速率为 1 s^{-1} 变形时, 在 α 相周围的点阵旋转区诱发马氏体形成, 点阵畸变区促进 β 亚晶界形成, 有助于 β 相再结晶形核和空冷过程中局部高密度次生 α 相析出。而在应变速率为 0.1 s^{-1} 时 α 相端部形成 β 小角度晶界, 有助于 β 晶粒的再结晶细化。

(2) 随着应变速率从 0.01 s^{-1} 增加到 1 s^{-1} , 热处理时 Ti-55531 合金中残余位错诱发细小次生 α 相在合金中的位置转变模式为: β 相内部 $\rightarrow\beta$ 亚晶界附近 \rightarrow 拉长 α 相两端。

参考文献

[1] Antunes R A, Salvador C A F, Oliveira M C L. Materials selection of optimized titanium alloys for aircraft applications [J]. Materials Research, 2018, 21(2): 1-7.
[2] 邵晖, 赵敏剑, 王凯旋, 等. Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-1Zr 合金 α 相的析出行为及其对断裂机制的影响[J]. 机械工程材

料, 2019, 43(9): 8-12, 47.
[3] Kumano T, Ushigami Y. Grain boundary characteristics of isolated grains in conventional grain oriented silicon steel [J]. ISIJ International, 2007, 47(6): 890-897.
[4] Nakashima H, Ueda T, Tsurekawa S, et al. Grain boundary migration and it's mechanism of Fe-3wt%Si solid solution bicrystals[J]. Tetsu-to-Hagané, 1996, 82(3): 238-243.
[5] Huang K, Marthinsen K, Zhao Q, et al. The double-edge effect of second-phase particles on the recrystallization behaviour and associated mechanical properties of metallic materials[J]. Progress in Materials Science, 2018, 92: 284-359.
[6] Qiu D, Shi R, Zhang D, et al. Variant selection by dislocations during α precipitation in α/β titanium alloys[J]. Acta Materialia, 2015, 88: 218-231.
[7] Furuhashi T, Maki T. Variant selection in heterogeneous nucleation on defects in diffusional phase transformation precipitation[J]. Materials Science and Engineering A, 2001, 312(1/2): 145-154.
[8] 杜娟, 程晓行, 杨天南, 等. 奥氏体析出相激发形核的原位 TEM 研究[J]. 金属学报, 2019, 55(4): 511-520.
[9] 代华湘, 王琳, 徐欣, 等. Ti-5553 合金在轻气炮冲击下的变形行为[J]. 稀有金属材料与工程, 2018, 47(2): 657-661.
[10] Zhao Q Y, Yang F, Torrens R, et al. Evaluation of the hot workability and deformation mechanisms for a metastable beta titanium alloy prepared from powder[J]. Materials Characterization, 2019, 149: 226-238.
[11] Shao H, Shan D, Wang K X, et al. Massive α precipitation selectivity and tensile fracture behavior of TC18 alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2019, 797: 10-17.
[12] Tangen S, Sjølstad K, Furu T, et al. Effect of concurrent precipitation on recrystallization and evolution of the P-texture component in a commercial Al-Mn alloy[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2010, 41(11): 2970-2983.

2019 年 10—12 月日本海绵钛产销数据统计

日期	海绵钛产量/t	国内出货量/t	国外出货量/t	出货量合计/t
2019 年 10 月	5091	1994	3502	5496
2019 年 11 月	5166	2029	2080	4109
2019 年 12 月	5111	2234	2662	4896
合 计	15 368	6257	8244	14 501