

TA15 钛合金多向锻压组织和拉伸性能研究

薛克敏, 郭威威, 时迎宾, 纪小虎, 甘国强, 李 萍

(合肥工业大学, 安徽 合肥 230009)

摘 要: 通过多向锻压工艺制备不同变形温度和变形道次的 TA15 钛合金试样, 利用金相观察、EBSD、晶粒尺寸统计和准静态拉伸试验, 分析变形过程中组织形貌、晶粒尺寸、相含量、晶界取向差和力学性能的变化。结果表明: TA15 钛合金经 700 °C 中温多向锻压后获得显著细化的等轴组织, 且随着变形道次的增加, 促使大角度晶界含量增加。同时晶粒尺寸逐渐减小, 3 道次后初生 α 平均晶粒尺寸细化至 6.0 μm 。变形后组织为 $\alpha+\beta$ 相, 相比初始组织, α 相含量减少, β 相含量增加; 在 800 和 900 °C 变形条件下, 晶粒尺寸增加, 但小于初始试样; 经多向锻压后坯料的强度有较大提升, 700 °C、3 道次后材料抗拉强度为 1443 MPa, 延伸率为 13.6%, 比初始试样略有降低, 900 °C、3 道次后材料抗拉强度为 1178 MPa, 延伸率提高到 15.8%, 综合性能得到明显提升。

关键词: TA15 钛合金; 多向锻压; 显微组织; 拉伸试验

中图分类号: TG146.23; TG379

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)10-3340-06

钛及钛合金具有众多优异的性能, 如高的比强度、优良的耐腐蚀性、良好的低温性能以及无磁等特点^[1], 广泛应用于航空、航天、海洋、汽车和生物医药产业。其应用水平日益成为衡量一个国家或地区的经济水平、社会发展和战略地位的重要指标^[2]。TA15 钛合金是一种通用型高铝含量的近 α 型钛合金, 兼有 α 型和 $\alpha+\beta$ 型钛合金的优点, 具有中等室温和高温强度, 良好的热稳定性和焊接性能, 长时工作温度可达 500 °C, 主要用于飞机结构件和发动机上, 是一种重要的航空材料^[3]。

研究发现, 晶粒细化可以有效提升钛合金的强度及塑性, 进一步提高其使用寿命^[4]。大塑性变形技术 (SPD) 通过对金属施加大的塑性应变, 有效细化金属组织, 从而获得亚微米甚至纳米尺寸的晶粒, 提高合金的综合性能^[5,6]。多向锻压工艺 (MDF) 是一种典型的大塑性变形方法, 变形过程中对块状金属材料沿三个不同的轴向进行反复压缩, 其工艺原理如图 1 所示。多向等温锻压不仅工艺简单、成本低, 而且可使用现有的工业装备实现制备大块致密材料并使材料性能得到改善等目的, 可直接用于工业生产^[7]。目前, 对初始组织为片状或双态组织的 TA15 钛合金大变形量的热加工组织演变的研究多有报道^[8,9]。对初始组织为等轴状的 TA15 钛合金热加工变形的研究多在近 β 或 β 单相区温度区间^[10,11], 但存在变形后冷却速率不

够快易造成晶粒尺寸迅速长大和材料不均匀问题, 且高温 β 相组织难以保留。由于 TA15 合金锻压温度区间窄, 在 β 转变温度下成形具有较低的延展性。因此, 研究在相变点以下温度区间内大塑性变形参数对组织性能的影响具有较大的实际意义。本实验通过等温多向锻压实验, 结合组织观察和室温拉伸性能测试, 对在 $\alpha+\beta$ 相区温度加热后在不同变形条件下变形水冷后的初始组织为等轴状的 TA15 钛合金的显微组织演变和室温拉伸性能进行研究, 探明初生 α 随变形道次和温度的演化规律, 以获得组织均匀、综合性能优异的 TA15 合金材料。本研究将为 TA15 合金的工业生产应用提供借鉴。

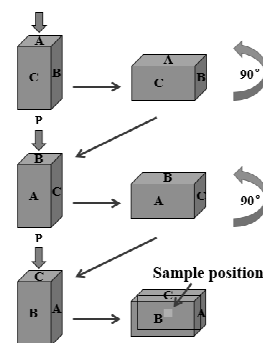


图 1 多向锻压原理示意图

Fig.1 Schematic diagram of multidirectional isothermal forging

收稿日期: 2018-10-23

基金项目: 航空科学基金 (2017ZEP4003); 国家自然科学基金 (51675154)

作者简介: 薛克敏, 男, 1963 年生, 博士, 教授, 合肥工业大学材料科学与工程学院, 安徽 合肥 230009, 电话: 0551-62901368, E-mail: xuekm0721@sina.com

1 实验

实验所用材料为北京航空材料研究院提供的 $\Phi 300$ mm 的 TA15 钛合金棒材, 其具体成分如表 1 所示。利用 Q2000 型差热扫描量热仪测得其 α/β 相变温度为 994 $^{\circ}\text{C}$ 。利用线切割技术制得 $15\text{ mm}\times 15\text{ mm}\times 30\text{ mm}$ 的方形坯料, 对试样表面进行抛磨处理以减小摩擦对变形的影响。采用自制的闭式高温炉将坯料加热到变形温度后置于炉中保温 15 min 使坯料受热均匀。借助 RZU200HF 压力机进行多向锻压实验, 锻压温度为 700、800、900 $^{\circ}\text{C}$, 压力机下行速率为 1 mm/s, 变形程度为 60%。沿三个轴向完成一次循环压缩为一个道次, 最大锻压道次为 3 次。实验中每次压缩的变形量用真应变表示, 即 $\epsilon = \ln H/h$ (H 为锻压前试样高度, h 为锻压后试样高度), 测得 1 道次试样的平均应变值为 2.7。实验结束将试样迅速取出进行水冷淬火处理以保留高温变形组织。

采用克劳尔腐蚀剂腐蚀试样, 采用金相显微镜 (4XB-TV) 在 500 倍下观察不同温度和不同道次多向锻压试样的显微组织。利用 Image-Pro Plus 软件对初生 α 的尺寸、轴比进行统计。采用线切割加工出图 2 所示的拉伸试样, 用 Instron 万能拉伸试验机测试其抗拉强度, 试验时拉伸速率为 0.36 mm/min。

2 结果与分析

2.1 MDF 不同变形道次和变形温度下的显微组织

不同变形道次和变形温度下 TA15 合金的显微组织如图 3 所示。其初生 α 相的平均晶粒尺寸和轴比如图 4 所示。图中所统计晶粒轴比为其长/宽比, 轴比值越接近于 1, 表明晶粒越接近等轴晶。合金初始显微组织由初生 α 相和 β 转变组织 (β_T) 构成, β 转变组织中片状 α 相与片状 β 相相间排列。从图 3 和图 4 中可以发现, 在 700 $^{\circ}\text{C}$ 变形道次对晶粒的细化影响很大。700 $^{\circ}\text{C}$ 经过 1 道次变形后, 粗大的初生 α 相发生破碎现象, 使得等轴 α 晶粒数目增多, 片状 α 晶粒在变形过程中发生扭折弯曲, 初生 α 相的平均晶粒尺寸由初始试样的 17.5 μm 细化到 11.3 μm 。在 2 道次变形时, 由于动态再结晶作用变形组织中出现了细小的等轴 α 晶粒, 片状 α 发生破碎球化, 组织得到进一步细化。此时, 初生 α 相晶粒的平均尺寸为 6.75 μm 。700 $^{\circ}\text{C}$ 、3 道次变形后, 累积的变形量进一步增大, 虽然提供了更高的畸变能, 但晶粒细化程度减小, 初生 α 相平均晶粒尺寸为 6.0 μm 。3 道次下, 随着温度的升高, 多向锻压对变形的细化效果减弱, 900 $^{\circ}\text{C}$ 下 α 相的晶粒尺寸为 10.5 μm 。此外, 初始晶粒的轴比较大, 而多向锻压过程中由于其压力加载方向不断改变,

使得试样的组织能在各个方向得到细化, 因而随着变形道次的增加, 晶粒的轴比逐渐减小, α 晶粒明显等轴化, 变形均匀性提高。随温度的升高, 晶粒的轴比出现先减小后增大的趋势, 800 $^{\circ}\text{C}$ 下晶粒轴比最小。

实验所用钛合金的理论再结晶温度为 800 $^{\circ}\text{C}$, 由于多道次变形引入了较大的变形量, 储存了很高的畸变能, 使得实际再结晶温度低于理论值^[12]。研究表明, 当多向锻压温度在 $0.1\sim 0.5T_m$ 时 (T_m 为熔点), 变形过程中的晶粒细化机制是动态再结晶和机械破碎细化^[13,14]。700 $^{\circ}\text{C}$, 1 道次变形引入的应变量较小, 此时机械击碎细化机制起主导作用, 晶粒沿着平行和垂直于压力加载的方向被反复压缩和伸长, 从而发生破碎, 初始组织得到细化。随着变形道次的增加, 2 道次时变形量进一步累积, 连续动态再结晶的作用增强, 在晶粒内部位错的增殖远大于位错湮灭的速度, 使得位错密度增大, 位错胞大量形成, 最终形成细小的等轴晶粒。同时多向锻压变形中外加载荷方向的变化有助于形成相互交错的高密度位错墙, 产生大量具有高密度位错的亚晶^[15]。随着应变的累积, 这些亚晶持续吸收位错, 取相差增大, 形成细小均匀组织。在 700 $^{\circ}\text{C}$, 3 道次变形时, 塑性变形量增大, 变形机理从晶内位错运动过渡到晶界滑移, 位错密度增加缓慢, 必然导致晶粒细化程度的减小。800 $^{\circ}\text{C}$, 3 道次变形时, 此时动态再结晶仍是晶粒细化的主要机制, 温度升高使回复作用增强, 初生 α 平均晶粒尺寸略有增加, 晶粒轴比进一步下降。变形温度升高到 900 $^{\circ}\text{C}$, 由于变形时间较长, 晶粒的回复作用充分, 位错密度降低, 在变形时晶粒的轴比和尺寸变化程度较小。同时, 原子的活性增强, 有利于晶界的滑动, 促进再结晶晶核的形成与长大。

表 1 TA15 钛合金的化学成分

Table 1 Chemical composition of TA15 titanium alloy ($\omega/\%$)

Al	Mo	V	Zr	O	Fe	Si	Ti
6.78	1.70	2.31	2.00	0.11	0.04	0.017	Bal.

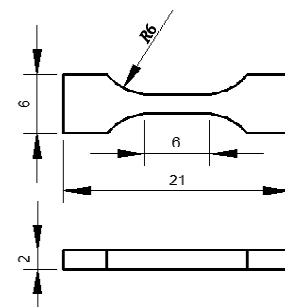


图 2 拉伸试样尺寸图

Fig.2 Dimensions of tensile samples

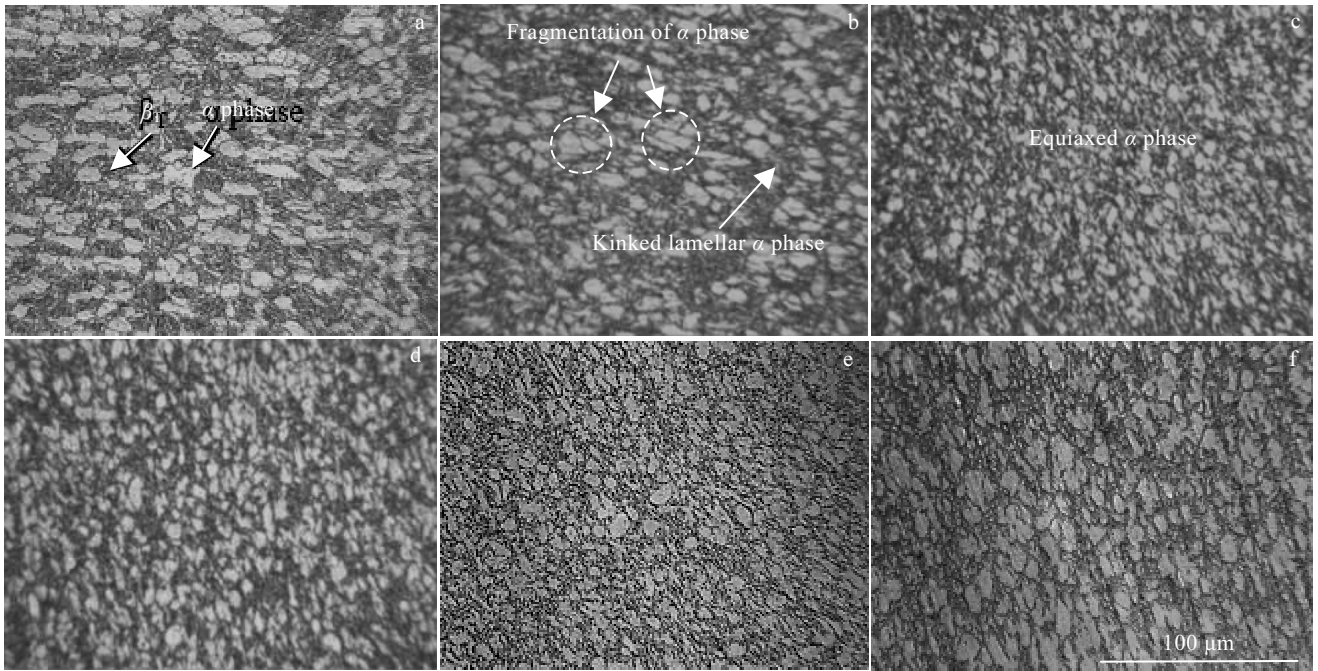


图 3 不同变形道次和变形温度下 TA15 钛合金的金显微组织

Fig.3 Microstructures of TA15 alloy under different conditions: (a) initial, (b) 1 pass at 700 °C, (c) 2 pass at 700 °C, (d) 3 pass at 700 °C, (e) 3 pass at 800 °C, and (f) 3 pass at 900 °C

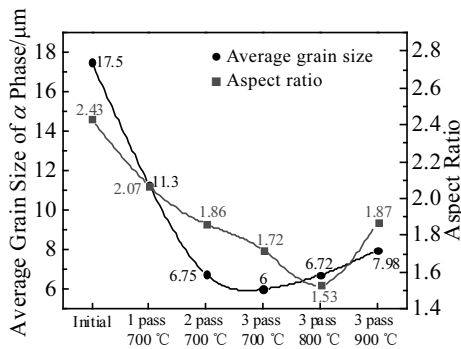


图 4 不同工艺条件下 TA15 钛合金的平均晶粒尺寸和轴比

Fig.4 Average grain size and aspect ratio of TA15 alloy under different conditions

2.2 MDF 不同变形道次下晶界取向差和相含量

图 5 是原始组织及 700 °C 不同道次变形后 TA15 合金的晶界取向差分布。由图 5 可知，TA15 合金原始组织的晶界取向差在 2°~15° 范围的小角度晶界很少，大角度晶界占绝大多数，约为 68.9%。图 5 还显示，在 40°，60° 附近出现峰值。2 道次多向锻压变形后，所有小角度晶界占比较初始试样都有增加，说明变形过程中新产生的晶界以亚晶界或取向差很小的角度

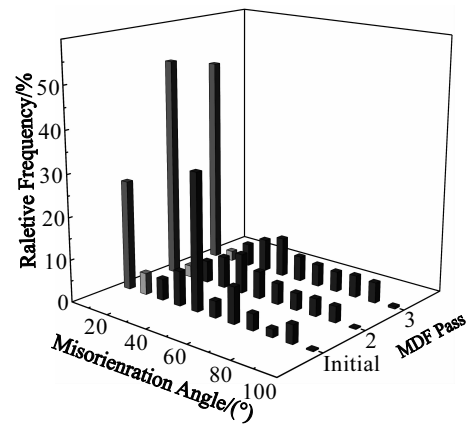


图 5 700 °C 不同变形道次下 TA15 合金的晶界取向差分布图
Fig.5 Distribution of misorientation angle of TA15 alloy under different MDF pass at 700 °C

晶界为主，引起晶粒细化的同时，使大角度晶界所占比值降低。由于变形温度相对较低，回复作用的强度还不够，3 道次多向锻压变形时，随着变形量的增大，位错不断累积，亚晶界持续吸收位错以增大晶界取向差，在连续动态再结晶机制下，形成细小的等轴晶粒。大角度晶界占比由 2 道次变形时的 45.7% 增加至

49.8%，且大角度晶界峰值在 40°左右，基本呈对称均匀分布。图 6 是不同变形条件下 TA15 合金 α 和 β 相相对含量以及初生 α 相分布。由图可知，700 °C 不同变形条件下初生 α 相的体积分数主要取决于变形温度。在 700, 800 °C 变形条件下， α 相相对含量呈现增加趋势。900 °C 变形条件下， β 相相对含量明显增加，说明此条件下变形促进了 $\alpha \rightarrow \beta$ 的相变过程。文献[15]提到在金属材料的加工过程中，90%~95%的机械功转变为热能，使坯料温度升高。由于 TA15 合金的导热性差，多向锻压变形中剧烈变形区的温升效应显著，这可能是导致相变发生的原因。

2.3 MDF 变形道次和变形温度对拉伸性能的影响

图 7 为不同变形条件下多向锻压 TA15 钛合金在应变速率为 $6 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 条件下室温拉伸变形时的应力-应变曲线。由图可以看出，流变应力随着变形道次的增加而增大，随变形温度的升高而降低。不同变形条件拉伸试样的应力-应变曲线呈现出不同的特征：(1) 在

700 °C，1、2、3 道次和 800 °C，3 道次，材料屈服后经过了一个较小应变量的快速硬化过程，在达到最高点（抗拉强度）后由于发生颈缩导致应力不断下降。

(2) 900 °C，3 道次变形试样的均匀塑性变形能力有所增加，颈缩也延后。不同变形道次 TA15 钛合金室温下的拉伸性能如表 2 所示。结果表明，经过多向锻压实验后，材料的屈服强度 YS (yield strength) 和抗拉强度 UTS (ultimate tensile strength) 明显提升，700 °C，3 道次时分别增加到 1158 和 1443 MPa，相比初始试样增幅分别达 26.1% 和 25.5%；变形后材料的延伸率 EI (elongation) 与初始试样相比有所降低，但随着变形道次的增加延伸率有所回升，3 道次变形延伸率为 13.6%。变形温度升高，材料的强度相对有所降低，但均高于初始试样，800、900 °C，3 道次变形后材料的延伸率分别增加至 14.4% 和 15.8%。这也从另一个方面说明 TA15 钛合金经两相区下部温度区间锻压后表现出良好的塑性变形能力。

合金材料的力学性能与众多因素有关，其中材料的组织均匀性和平均晶粒尺寸起着重要作用。不均匀的合金组织在塑性变形时容易造成应力分布不均，导致应力集中，塑性下降^[16]。另外，根据 Hall-Petch 公式： $\sigma_y = \sigma_0 + k_y d^{-1/2}$ ，细化晶粒可以提高材料的屈服强度。因此，制备均匀细小的晶粒组织是提高材料强塑性的有效途径之一。相关文献研究^[17]表明，TA15 钛合金的马氏体转变第二临界温度约为 830 °C，即在低于这个温度下处理，以不同速度冷却后其相组成只会是 α 和 β 两相组织。在本实验 700, 800 °C 变形后水淬快速冷却的方式下无法得到马氏体 α' ，所以 700, 800 °C 变形条件下马氏体相变对组织的强化作用可以忽略，此时强度的提高主要依靠动态再结晶和机械破碎引起的晶粒细化强化机制。钛合金的力学性能与组织类型有很大关系，等轴组织具有优异的塑性变形及抗疲劳裂纹萌生能力，片状组织具有优异的抗蠕变性能和断

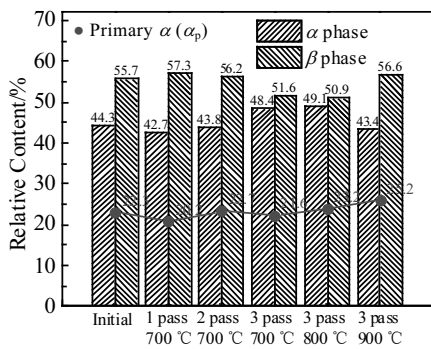


图 6 不同变形条件下 TA15 合金的相含量

Fig.6 Phase content of TA15 alloy under different MDF conditions

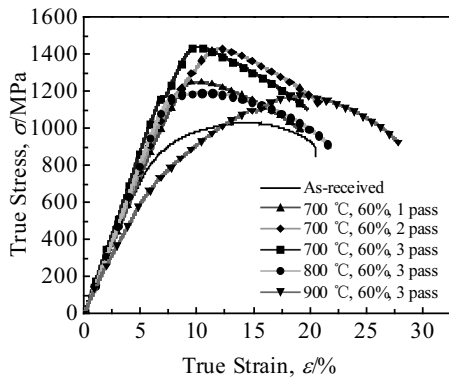


图 7 不同变形条件下 TA15 钛合金室温拉伸真应力-真应变曲线
Fig.7 True stress-true strain curves of TA15 alloy deformed under different conditions at room temperature

表 2 不同变形条件下 TA15 钛合金室温力学性能
Table 2 Room-temperature mechanical properties of TA15 alloy under different conditions

Condition	YS/MPa	UTS/MPa	EL/%
Initial	817	1030	14.3
MDF-1 pass-700 °C	1079	1252	12.6
MDF-2 pass-700 °C	1110	1428	13.4
MDF-3 pass-700 °C	1158	1443	13.6
MDF-3 pass-800 °C	1138	1192	14.4
MDF-3 pass-900 °C	1094	1178	15.8

裂韧性, 而双态组织具有优良的综合性能^[18-20]。随着变形道次的增加, 初生 α 晶粒发生破碎和动态再结晶, 晶粒尺寸减小, 等轴晶粒数目增加, 晶界增多, 同时次生的片状 α 发生扭折弯曲和球化现象, 对位错运动的阻碍作用增强, 致使变形抗力增大, 强度提高。多向锻压时三向载荷的作用可以减小材料的各向异性, 从而提高变形组织均匀性, 同时等轴晶粒的增多也使材料的延伸率提高。同样变形道次下, 800 °C 的变形温度不足以使 β 相在快速冷却过程中转变为针状组织, 此温度与 TA15 合金再结晶温度相当, 变形过程中发生的连续再结晶与非连续再结晶共同起着相当的作用, 合金组织中残留有少量的位错堆积缺陷, 表现为材料的强度随温度略有降低。900 °C 时, 变形温度高, 导致初生的 α 相含量少, 再结晶程度提高, 合金中位错等缺陷大量减少, 组织中 α 相向 β 相转变占比增加; 高温使 α 相界扩散能力增强, 造成大晶粒吞并周围小晶粒; 水冷淬火后的 α' 相虽然对晶粒的强化有一定作用, 但效果并不明显, 表现出抗拉强度的下降。在拉伸变形过程中 α' 可抑制裂纹的扩展, 一定程度上促进延伸率的提高。

3 结 论

1) TA15 钛合金经多向锻压变形后, 晶粒主要通过机械破碎和动态再结晶细化。700 °C 变形条件下随着变形道次的增加, 晶粒细化的主要方式由机械破碎转向连续动态再结晶, 组织中粗大的初生 α 晶粒得到明显细化, 3 道次后细化至 6.0 μm , 等轴 α 晶粒增多, 显微组织均匀性得到有效提高。

2) 3 道次变形条件下, 随着变形温度的升高, 材料中的动态再结晶现象明显, 合金中位错等缺陷减少, 900 °C, 3 道次变形条件下初生 α 晶粒细化效果不明显。

3) 多向锻压变形后, 随着锻压道次的增加, 材料的强塑性提高, 700 °C, 3 道次变形条件下抗拉强度提高到 1443 MPa, 延伸率增加到 13.6%, 变形温度的提高保证了材料的良好塑性, 强度得到改善, 材料综合性能得到明显提高。

参考文献 References

- [1] Li Chengming(李成铭). *Dissertation for Master*(硕士论文)[D]. Hefei: Hefei University of Technology, 2014
- [2] Jin Hexi, Wei Kexiang, Li Jianming *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China* [J], 2015, 25(2): 280
- [3] Zhao Yan(赵 严), Guo Hongzhen(郭鸿镇), Wang Tao(王 涛) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2011, 40(5): 885
- [4] Zhang Zhenwei(章震威), Wang Junli(王军丽), Zhang Qinglong(张清龙) *et al. Materials Review*(材料导报)[J], 2017, 31(1): 116
- [5] Chen Feifei(陈菲菲), Huang Hongjun(黄宏军), Xue Peng(薛鹏) *et al. Chinese Journal of Materials Research*(材料研究学报)[J], 2018(1): 1
- [6] Ovid K I A, Valiev R Z, Zhu Y T. *Progress in Materials Science*[J], 2018, 94: 462
- [7] Zhu Qingfeng(朱庆丰), Zhang Yang(张 扬), Zhu Cheng(朱成) *et al. Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2017, 45(4): 15
- [8] Sun Zhichao, Wu Huili, Sun Junzhi *et al. International Journal of Hydrogen Energy*[J], 2017, 42(32): 20 849
- [9] Li Ping, Ding Yonggen, Yao Pengpeng *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China* [J], 2016, 26(5): 1019
- [10] Gao Yang(郜 阳), Sun Zhichao(孙志超), Yang He(杨 合). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2013, 42(5): 951
- [11] Gao P, Zhan M, Fan X *et al. Materials Science & Engineering A*[J], 2017, 689: 243
- [12] Guo Hongzhen, Zhao Yan, Zhao Zhanglong *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2015, 25(S1): 1
- [13] Valiev R Z, Estrin Y, Horita Z *et al. Journal of Plasticity Engineering*[J], 2006, 58(4): 33
- [14] Estrin Y, Vinogradov A. *Acta Materialia*[J], 2013, 61(3): 782
- [15] Fan Xiaoguang, Zeng Xiang, Yang He *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2017, 27(11): 2390
- [16] Mirahmadi S J, Hamed M, Parsa M H. *Journal of Materials Engineering & Performance*[J], 2014, 23(12): 4411
- [17] Wu Yuanzhi, Yan Hongge, Chen Jihua *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2012, 22(11): 3000
- [18] Zhang Wangfeng, Wang Yuhui, Li Yan *et al. Transactions of Nonferrous Metals Society of China*[J], 2010, 20(S1): 523
- [19] Zhu Jingchuan(朱景川), He Dong(何 东), Yang Xiawei(杨夏炜) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2013, 42(2): 382
- [20] Li Ping(李 萍), Xue Kemin(薛克敏), Yao Pengpeng(姚彭彭) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2016, 45(6): 1495

Microstructure and Tensile Properties of Multi-Directional Forging of TA15 Titanium Alloy

Xue Kemin, Guo Weiwei, Shi Yingbin, Ji Xiaohu, Gan Guoqiang, Li Ping
(Hefei University of Technology, Hefei 230009, China)

Abstract: TA15 alloy samples with different forging passes and deformation temperature were prepared by multidirectional forging process. Using metallographic observation, EBSD, grain size statistics and quasi-static tensile test, the microstructure morphology, grain size, phase content, misorientation angles and mechanical properties during deformation process were analyzed. The experimental results show that a obviously-refined equiaxed structure of TA15 alloy is obtained after multidirectional forging at medium temperature of 700 °C, and the ratio of high angle boundary increases with the increase of forging pass. Moreover, after 3 pass deformation the average grain size of primary α phase can be refined to 6.0 μm . Besides the deformation microstructure is $\alpha+\beta$ phase, α phase decrease while β phase increases in content compared with initial microstructure. With the increasing of deformation temperature, the grain size increases at 800 and 900 °C, but is still smaller than that of initial sample. The tensile strength has been improved significantly after multidirectional forging, correspondingly after 3 pass MDF at 700 °C, the tensile strength of the samples increases to 1443 MPa and the elongation is 13.6%, which is slightly lower than the as-received sample. After deformation at 900 °C and 3-pass forging, the tensile strength is 1178 MPa, the elongation increases to 15.8%. Finally, comprehensive properties of materials are remarkably improved.

Key words: TA15 titanium alloy; multidirectional forging (MDF); microstructure; tensile test

Corresponding author: Xue Kemin, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Hefei University of Technology, Hefei 230009, P. R. China, Tel: 0086-551-62901368, E-mail: xuekm0721@sina.com