

细晶 TC4 合金板材超塑性行为及组织演变研究

张磊, 郭萍, 王欢, 强菲

(西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

摘要: 采用恒应变速率法, 探究了在 880~920 °C, 0.0005~0.005 s⁻¹ 的温度及应变速率条件下细晶 TC4 合金板材的超塑性行为, 并表征分析了其超塑变形过程中的微观组织演变。研究表明, 随着超塑变形温度的升高, 合金均发生明显的动态再结晶现象, 其超塑变形机制也随之改变。在 880 °C/0.001 s⁻¹ 下 TC4 合金表现为晶界滑动、晶粒旋转和滑动的协同超塑变形机制, 表现出最佳的超塑性能, 延伸率高达 1039%, 应变敏感系数 m 值达 0.51。但在 920 °C/0.001 s⁻¹ 条件下, 由于合金的超塑性依赖晶界滑动和晶内位错滑移的共同作用, TC4 合金延伸率仅为 746%, 应变敏感系数 m 值降至 0.39。相关结果阐释了不同温度及应变速率下 TC4 合金超塑性性能差异的关键原因, 对深入研究 TC4 钛合金超塑变形过程中复杂的力学行为与变形机制具有重要意义。

关键词: TC4; 超塑性; 动态再结晶; 组织演变

中图分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2024)12-3422-06

钛合金已在航空航天, 生物医学等领域获得了广泛的应用, 其中超塑性是其广泛应用的性能基础之一^[1]。超塑性是指在一定温度 ($T > 0.4T_m$)^[2], 一定应变速率下材料表现出异常高塑性变形的能力, 其应变通常高达 400%。超塑性使得钛合金可以在不需要大规模剪切、冲压或焊接的情况下, 仅通过热加工成型便可制造具有复杂形状的零件, 从而降低生产成本并提高加工精度^[3-4], 这对于航空航天、汽车工业、医疗设备等领域的装备制造极具价值。

TC4 合金具有出色的强韧性能, 优异的耐腐蚀性及良好的高温稳定性, 其在航空航天、能源化工等多个领域已得到广泛应用。然而, 相对于其他钛合金牌号, TC4 合金的精密加工和复杂成型仍极具挑战性^[5-7], 而应用合金超塑性去调控优化热成型工艺是解决这一难题的有效途径^[8]。

国内外研究人员已对 TC4 合金的超塑性进行了深入研究。何鸿博^[9], 孙前江^[10], 王敏^[11-12]等人研究发现晶粒细化是钛合金获得优异超塑性能的重要组织条件, 其有利于优化超塑成型工艺参数, 大幅度提高合金超塑性成型性能和效率。Matsumoto 等人^[13]通过调控 α' 马氏体合金热加工工艺, 获得了细晶 Ti-6Al-4V 合金, 该合金在低变形温度、高应变速率下表现出最佳的超塑性能。Salishchev^[14]等人运用多向锻造技术制备了纳米级超细晶 TC4 合金, 其在 550 °C/2×10⁻⁴ s⁻¹

条件下实现良好的低温超塑性。朱堂葵^[15]等人探究了 TC4 棒材的流动应力-拉伸温度-拉伸速率关系及超塑变形机制, 并研究得到了双态组织钛合金的最佳超塑性成分。当前研究聚焦于细晶 TC4 合金的低温区超塑性性能, 而该类合金其他温域的超塑性行为报道较少。因此, 深入研究细晶 TC4 板材的变形行为和微观组织演化之间的关系, 对理解 TC4 钛合金超塑变形过程中复杂的力学行为与变形机制具有重要意义。

本研究采用恒应变速率法系统研究在 880~920 °C, 0.0005~0.005 s⁻¹ 温度及应变速率条件下细晶 TC4 合金板材的超塑性能, 并利用电子背散射衍射 (electro backscatter diffraction, EBSD) 技术深入分析合金在超塑性变形过程中的组织演变行为, 最终基于上述实验结果, 就合金的超塑变形机制进行阐释。

1 实验

本试验选用厚度 1 mm 的轧制退火态细晶 TC4 板材, 其显微组织如图 1 所示, 板材原始组织主要由大量变形初生 α 相组成, 差热法测得该合金的 β 转变温度为 996 °C。

沿原始板材轧制方向切取得到超塑拉伸试样, 其形状及尺寸如图 2 所示, 拉伸试样标距段尺寸为 10 mm×6 mm×1 mm。超塑拉伸试验在 SANS-CMT4104 型高温电子拉伸机上进行, 该拉伸机配备管式加热炉及 5

收稿日期: 2023-12-10

基金项目: 基础加强计划技术领域基金 (2021-JCJQ-JJ-0197)

作者简介: 张磊, 男, 1997 年生, 硕士, 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016, 电话: 029-86250729, E-mail: 864074691@qq.com

段温控器, 温控精度为 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, 测试前特在试样表面涂覆玻璃润滑剂以避免试样发生高温氧化。超塑拉伸试验采用恒应变速率法, 试验温度分别为: 880、900、920 $^{\circ}\text{C}$, 试验应变速率分别为 0.005、0.001、0.0005 s^{-1} , 超塑拉伸过程中, 当样品发生断裂后立即将试样取出并淬火处理以保留高温变形组织。

采用 EBSD 对合金的微观组织进行表征分析, EBSD 试样取自原始板材及超塑拉伸样件断口附近截面处, 断口处取样位置如图 3 虚线处所示。EBSD 试样经研磨和机械抛光后进行电解抛光, 电解液成分配比为甲醇:正丁醇:高氯酸=6:3:1 (体积比), 电压 30 V, 抛光温度 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。EBSD 表征在配备 Oxford Instruments Nordlys Max 探测器的 JEOL JSM-6700F 扫描电子显微镜上进行, 设定扫描步长参数为 $0.15\text{ }\mu\text{m}$, 扫描区域大小约 $70\text{ }\mu\text{m}\times 54\text{ }\mu\text{m}$, 结合 HKL Channel 5 软件分析获得合金的晶粒尺寸分布、晶界取向差分布等数据。

2 结果与讨论

2.1 TC4 合金超塑性力学行为

图 4 为不同温度和应变速率条件下 TC4 合金板材

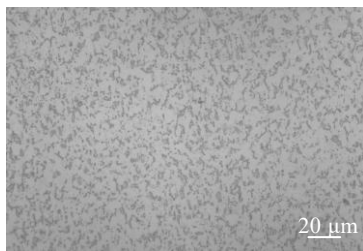


图 1 细晶 TC4 板材的显微微观组织

Fig.1 Microstructure of fine-grained TC4 sheet

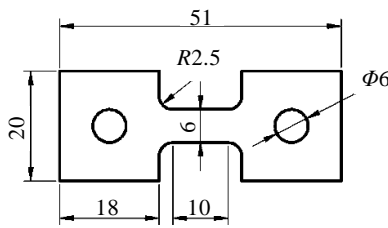


图 2 超塑拉伸试样尺寸

Fig.2 Dimensions of superplastic tensile test specimen



图 3 EBSD 观察试样位置示意图

Fig.3 Schematic diagram of sampling location for EBSD observation

超塑拉伸试样的宏观形貌。从图中可以观察到, 在 880、900、920 $^{\circ}\text{C}$ 3 种不同温度及 0.001、0.005、0.0005 s^{-1} 的应变速率条件下, 合金均发生了明显的颈缩现象, 并且均表现出高于 641% 的超塑性。

图 5 为 TC4 合金板材在不同温度下的工程应力-应变曲线。由图 5 可知, 合金在相同温度, 不同应变速率下的超塑性能存在显著差异。在 0.005 s^{-1} 高应变速率条件下, 随着应变量的增加, 合金的流动应力均呈迅速增至峰值后快速下降特征, 这表明在拉伸过程中合金的应变速率敏感性较强。在初始拉伸阶段, 位错的增殖及缠结导致应力集中, 其远大于位错滑移带来的动态回复, 故应力迅速提升, 该阶段引起位错畸变能增加。在后拉伸阶段, 畸变能的积累驱动动态回复软化加快, 因而合金的流动应力快速下降。在 0.001、0.0005 s^{-1} 的低应变速率情况下, 合金的流动应力在快速提高后缓慢增加至峰值, 然后随着变形时间与应变的增加而缓慢下降, 此过程中合金的流动应力近乎稳定, 呈现出典型的软硬化动态平衡的超塑变形特征。同时, 不同应变速率下合金的峰值应力差异巨大, 在 880 $^{\circ}\text{C}/0.005\text{ }\text{s}^{-1}$ 拉伸条件下合金的最大流变应力达 72.5 MPa, 880 $^{\circ}\text{C}/0.001\text{ }\text{s}^{-1}$ 拉伸条件下最大流变应力为 45.4 MPa。在同一应变速率, 不同温度下的 TC4 合金的超塑性能同样也存在显著差异, 在 880 $^{\circ}\text{C}/0.001\text{ }\text{s}^{-1}$

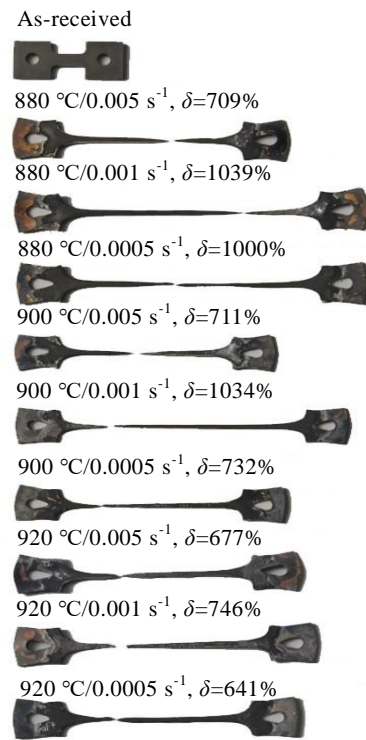


图 4 超塑拉伸后 TC4 合金的宏观形貌

Fig.4 Macromorphologies of TC4 alloy after superplastic tension

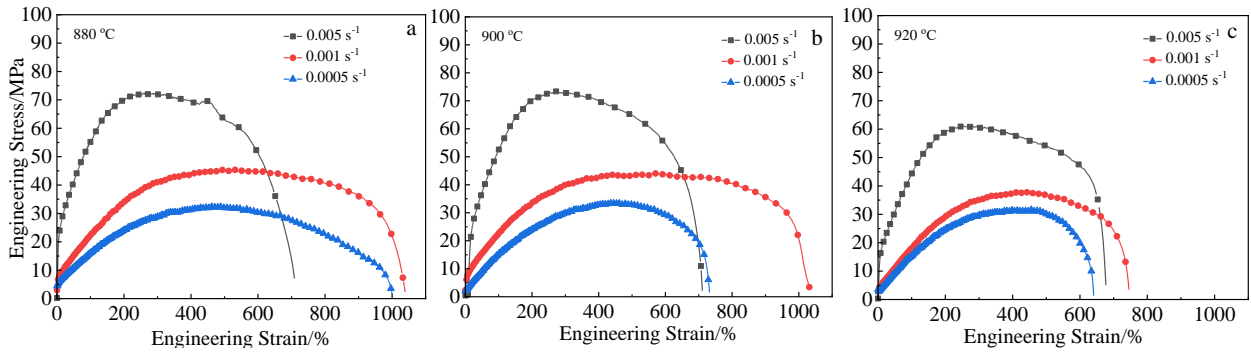


图 5 不同温度下 TC4 合金超塑拉伸的工程应力-应变曲线

Fig.5 Engineering stress-engineering strain curves of superplastic tensile test of TC4 alloy at different temperatures: (a) 880 °C, (b) 900 °C, and (c) 920 °C

拉伸条件下合金的延伸率高达 1039%，而在 920 °C/0.001 s⁻¹ 条件下，合金的延伸率仅为 746%，在本研究 2.2 节中将结合合金超塑拉伸过程的组织演变行为，就上述性能差异作以分析解释。

合金的超塑性对应变速率非常敏感，材料热变形过程中的流动应力，应变速率符合 Backofen 方程：

$$\sigma = K\dot{\epsilon}^m \quad (1)$$

式中， σ 为流动应力； K 为材料系数，其与材料的成分、显微组织和变形温度相关； $\dot{\epsilon}$ 为应变速率； m 为应变速率敏感系数。对上式进行数学求导可得：

$$m = d \lg \sigma / d \lg \dot{\epsilon} \quad (2)$$

将工程应力-应变曲线转变为真应力-应变曲线，取稳态流变应力阶段的应力值运用公式 (2) 即可计算得到合金在不同条件下的 m 值，其计算结果如图 6 所示。

m 值是衡量材料超塑性能的重要指标，它反映了材料抵抗颈缩的能力。由图 6 可知，在 880、900、920 °C 温度条件下，TC4 合金的应变速率敏感系数 m 值分别为 0.51、0.40、0.39，所测得的 m 值均大于 0.3。上述测试结果表明，在实验条件范围内细晶 TC4 板材均呈现良好的超塑性，其与超塑拉伸试验测得的结果一致。随着变形温度的升高，合金的 m 值逐渐降低，在 880 °C

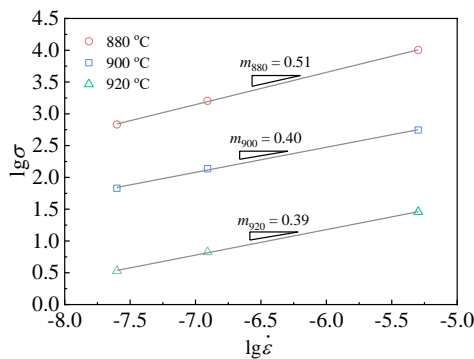


图 6 TC4 合金在不同温度下的 $\lg\sigma$ - $\lg \dot{\epsilon}$ 曲线

Fig.6 $\lg\sigma$ - $\lg \dot{\epsilon}$ curves of TC4 alloy at different temperatures

条件下，细晶 TC4 合金的 m 值大于 0.5，表现出最佳的超塑性，相关研究结果表明，当合金的 m 值大于 0.5 时，晶界滑移是超塑变形的的主要机制^[16-19]。

综上所述，880 °C/0.001 s⁻¹ 为 TC4 合金的最佳超塑拉伸条件，在此拉伸条件下合金的延伸率达 1039%，应变敏感系数 m 值为 0.51。

2.2 组织演变

基于上述超塑拉伸试验结果，特选择在 880 °C/0.001 s⁻¹，920 °C/0.001 s⁻¹ 条件下表现出显著超塑性能差异的试样进行微观组织演变分析，并就 TC4 细晶板材在不同温度下的超塑变形机制进行分析。

图 7 为本研究所用 TC4 原始板材的 EBSD 表征结果。由图 7a 原始板材 α 相的极图与反极图可知，原始合金板材晶粒了经历严重变形，晶粒成形性较差，做再结晶分析显示，原始板材中仅有 13.7% 的晶粒发生完全再结晶，而亚结构及变形晶粒占比分别高达 26.9%、53.4%。基体组织主要由大量的变形 α 相和极少量沿 α 晶界分布的细小 β 相组成。进一步做相组成分布分析表明，基体中 α 相的体积分数高达 97.8%，而 β 相体积分数仅为 2.16%。图 7a 原始板材 α 相(0001)极图显示，该合金中存在较强的基面偏转织构(0001)[10 $\bar{1}$ 0]，该织构的基面 X 法向呈双峰取向，极密度最大值为 17.44。由图 7b 晶界取向分布图和图 7c 晶界取向差分布图显示，晶粒内部存在大量的小角度晶界 (low angle grain boundaries, LAGBs)，占比高达 60.7%，这进一步证实初始组织中的位错密度极高，基体组织主要由大量 α 相变形和亚结构组成。由图 7d 晶粒尺寸分布图可知，原始合金的平均晶粒尺寸为 1.73 μm 。

图 8 为 880 °C 超塑拉伸后板材的 EBSD 表征结果。从图 8a 可以观察到，经 880 °C 超塑拉伸后，合金中变形晶粒显著等轴化，变形 α 相基本消失，组织呈均匀分布的等轴 α 态，且在晶间出现了众多细小的再结晶 α

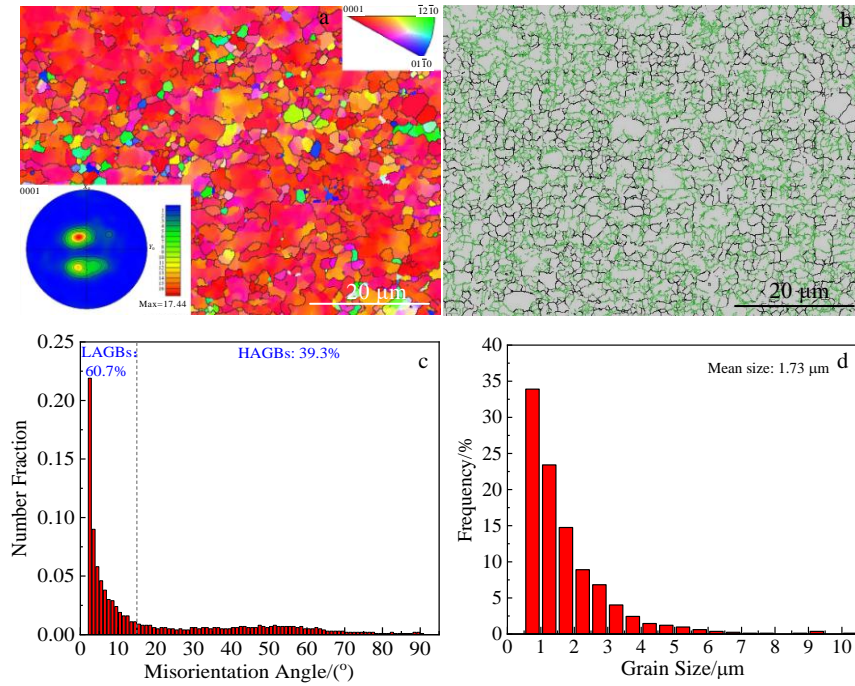


图 7 TC4 原始板材 α 相的 EBSD 表征结果

Fig.7 EBSD analysis results of the α phase of the as-received TC4 sheet: (a) pole figure and inverse pole figure map; (b) grain boundary map (green line: LAGBs, black line: HAGBs); (c) grain boundary misorientation angle distribution; (d) grain size distribution

晶粒。由图 8a 中 α 相的(0001)极图可知, 极密度显著下降至 3.70, 初始组织组织构已基本消失, 此源于晶界滑动致使的非晶晶粒转动。图 8a 中 A 箭头所指 α 晶粒中取向差异较大, 同位置图 8b 显示其晶内存在小角度晶界, 这说明再结晶晶粒内亚晶已成为了新的动态再结晶核心。从图 8b 晶界取向分布图和图 8c 晶界取向差分布图可知, 基体中的 LAGBs 明显减少, 仅占 10.1%, 而大角度晶界 (HAGBs $\geq 15^\circ$) 显著增多, 高达 89.9%。结合图 8d 晶粒尺寸分布图可知, 原始组织中的不规则大晶粒完全消失, 合金的平均晶粒尺寸略微增大, 达到 1.84 μm , 但晶粒尺寸分布情况更为广泛, 呈现出不均匀分布情况。

研究表明, 在 880 $^\circ\text{C}/0.001 \text{ s}^{-1}$ 条件下, 合金经历了动态再结晶过程。动态再结晶过程导致晶粒等轴化且晶界面积增大, 同时, 小角度晶界向大角度晶界的转变致使大量细小的 α 相晶粒在晶界生成, 这些细小晶粒与周围晶粒之间存在小角度位向差, 有助于晶界的相对滑动, 并促进晶粒的旋转和滑动, 从而协同实现超塑性变形。综合考虑该合金在 880 $^\circ\text{C}/0.001 \text{ s}^{-1}$ 下的应变速率敏感系数高达 0.51 可知, TC4 合金在此拉伸条件下的超塑变形机制表现为晶界滑动、伴随晶粒旋转及滑动的协调机制。此机制下动态再结晶引起的应变软化与晶粒粗化、应变造成的加工硬化相平衡, 故合金在该拉伸条件下表现出稳定流变态, 呈现最佳的超塑性, 延伸率

高达 1039%。

图 9 为 920 $^\circ\text{C}$ 超塑拉伸后板材的 EBSD 表征结果。从图 9a 和图 9d 可观察到, 合金组织由均匀分布的等轴 α 态组成, 相对于 880 $^\circ\text{C}$ 拉伸试样, 经过 920 $^\circ\text{C}$ 超塑拉伸后, 晶间 α 相明显长大并被拉长, 此外, 晶粒进一步等轴化并发生粗化, 合金的平均晶粒尺寸达 2.54 μm , 晶粒分布更为广泛, 其中大尺寸晶粒数目明显提高。图 9a 中 A 箭头所指 α 晶粒内部观察到取向不同的小晶粒, 但同位置图 9b 显示其晶内均为大角度晶界, 表明该晶粒已充分经历再结晶长大过程。图 9a 中 α 相(0001)的极图显示, 合金的整体组织组织构相对弱化, 动态再结晶晶粒取向随机化, 结合图 9b 可知, 在 920 $^\circ\text{C}/0.001 \text{ s}^{-1}$ 条件下, α/α 晶界平直, 但晶内存在少量小角度晶界, 由此可证实晶内位错密度相对较大。由图 9b 晶界图和图 9c 晶界取向差分布图可知, 合金的大角度晶界增至 91.6%, 结合晶间及初生 α 相的粗化, 这进一步证实合金的动态再结晶发生完全。

实验测得的该拉伸条件下合金的应变速率敏感系数 m 为 0.39, 晶间 α 的粗化及拉长使得晶粒旋转及转动的协调作用削弱, 而晶粒进一步长大造成晶界滑动所需应变能增加, 晶界滑动对超塑变形的贡献减少, 导致变形时晶内位错滑移变形增多^[20], 在这种情况下, 位错的运动有助于超塑协调变形, 因此, 此拉伸条件下 TC4 合金的超塑变形为晶界滑动和晶内位错的共同作

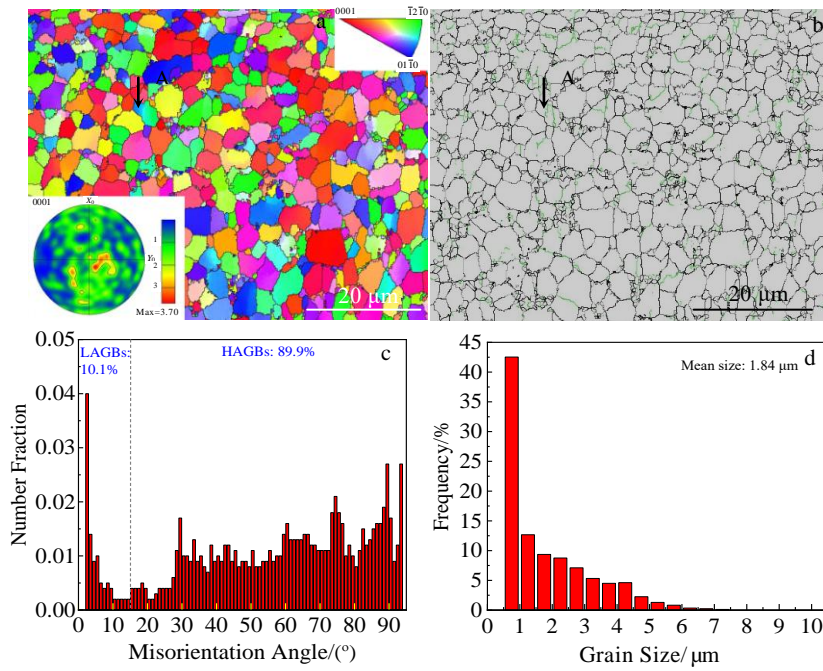


图 8 880 °C/0.001 s⁻¹ 超塑拉伸试样 α 相的 EBSD 表征结果

Fig.8 EBSD maps of the α phase of the 880 °C/0.001 s⁻¹ superplastic tensile sample: (a) pole figure and inverse pole figure map; (b) grain boundary map (green line: LAGBs, black line: HAGBs); (c) grain boundary misorientation angle distribution; (d) grain size distribution

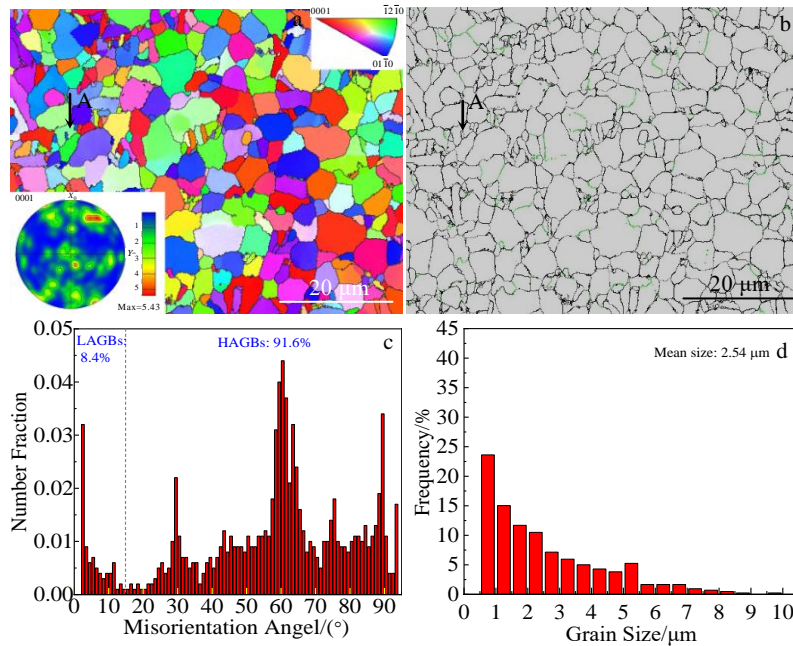


图 9 920 °C/0.001 s⁻¹ 超塑拉伸试样 α 相的 EBSD 表征结果

Fig.9 EBSD of the α phase of the 920 °C/0.001 s⁻¹ superplastic tensile sample: (a) pole figure and inverse pole figure map; (b) grain boundary map (green line: LAGBs, black line: HAGBs); (c) grain boundary misorientation angle distribution; (d) grain size distribution

用。基于上述机制，拉伸过程中晶界滑动、晶粒转动及移动对超塑变形的贡献减少，合金的动态再结晶占主导地位，因此，920 °C/0.001 s⁻¹ 拉伸条件下合金的工程应力-应变曲线表现出明显的应变软化现象，导致较差的超塑性，其延伸率仅为 746%。

3 结 论

1) 在 880 °C/0.001 s⁻¹ 条件下，TC4 合金表现出最佳的超塑性，此拉伸条件下合金的延伸率达 1039%，应变敏感系数 *m* 值达 0.51，峰值流动应力为 45.4 MPa。

2) 随着超塑变形温度的升高, 合金均经历明显的动态再结晶过程, 合金的超塑延伸率及应变敏感系数 m 值同步下降。

3) 在 $880\text{ }^{\circ}\text{C}/0.001\text{ s}^{-1}$ 条件下 TC4 合金的超塑变形机制为晶界滑动、伴随晶粒旋转及滑动的协调变形机制, 而在 $920\text{ }^{\circ}\text{C}/0.001\text{ s}^{-1}$ 条件下, TC4 合金的超塑变形为晶界滑动和晶内位错滑移的共同作用。

参考文献 References

- [1] Kotov A D, Postnikova M N, Mosleh A O *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2022, 845: 143245
- [2] Motyka M, Sieniawski J, Ziaja W. *Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 599: 57
- [3] Hong Quan(洪权), Guo Ping(郭萍), Zhou Wei(周伟). *Titanium Industry Progress*(钛工业进展)[J], 2020, 39(5): 27
- [4] Liu Yang(刘杨), Li Zhiqiang(李志强), Zhao Bing(赵冰) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2022, 51(10): 3752
- [5] Liu Zhangguang(刘章光), Li Peijie(李培杰), Yin Xiyue(尹西岳) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2018, 41(11): 3474
- [6] Zhang Fangzhe(张方哲), Zhou Qing(周清), Tong Guoquan(童国权) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2011, 40(2): 231
- [7] Zhang Xuemin(张学敏), Zeng Weidong(曾卫东), Li Yue(李悦) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2019, 48(10): 3202
- [8] Guo Wei, Jia Qiang, Li Ruiting *et al.* *High Temperature Materials and Processes*[J], 2017, 36(1): 55
- [9] He Hongbo(何鸿博), Zhou Wenlong(周文龙), Chen Guoqing(陈国清) *et al.* *Materials for Mechanical Engineering*(机械工程材料)[J], 2009, 33(3): 78
- [10] Sun Qianjiang(孙前江), Wang Gaochao(王高潮), Li Miaoquan(李淼泉). *Materials Reports*(材料导报)[J], 2010, 24(9): 126
- [11] Wang Min(王敏), Guo Hongzhen(郭鸿镇). *Journal of Plasticity Engineering*(塑性工程学报)[J], 2008, 15(4): 155
- [12] Wang Min(王敏), Lin Chengxiao(蔺成效). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2012, 41(7): 1176
- [13] Matsumoto H, Yoshida K, Lee S H *et al.* *Materials Letters*[J], 2013, 98: 209
- [14] Salishchev G A, Kudryavtsev E A, Zherebtsov S V *et al.* *Materials Science Forum*[J], 2013, 735: 253
- [15] Zhu Tangkui(朱堂葵), Li Miaoquan(李淼泉). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2012, 41(11): 1970
- [16] Tan M J, Chen G W, Thiruvarudchelvan S. *Journal of Materials Processing Technology*[J], 2007, 192–193: 434
- [17] Jain M, Chaturvedi M C. *Materials Science and Engineering A*[J], 1991, 138: 205
- [18] Giora G, Amiya K M. *Materials Science and Engineering A*[J], 1985, 170: 191
- [19] Bieler T R, Mishra R S, Mukherjee A K. *Annual Review of Materials Science*[J], 1996, 26: 75
- [20] Mishra R S, Stolyarov V V, Echer C *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2001, 298: 44

Superplastic Behavior and Microstructure Evolution of Fine-Grained TC4 Alloy Sheets

Zhang Lei, Guo Ping, Wang Huan, Qiang Fei

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

Abstract: The superplastic behavior of fine-grained TC4 alloy sheets was investigated by the constant strain rate method at the temperature of $880\text{--}920\text{ }^{\circ}\text{C}$ with the strain rate of $0.0005\text{--}0.005\text{ s}^{-1}$. Furthermore, the microstructure evolution was characterized during the super plastic deformation. The results reveal that with the increase in superplastic deformation temperature, the alloy undergoes conspicuous dynamic recrystallization, and the superplastic deformation mechanisms of the alloy also changes. At $880\text{ }^{\circ}\text{C}$ with a strain rate of 0.001 s^{-1} , the TC4 alloy exhibits a cooperative superplastic deformation mechanism involving grain boundary sliding, grain rotation and sliding. Under these conditions, the alloy achieves an elongation up to 1039%, accompanied by a notable strain sensitivity coefficient (m) of 0.51. In contrast, at $920\text{ }^{\circ}\text{C}$ with a strain rate of 0.001 s^{-1} , the alloy's superplasticity predominantly relies on grain boundary sliding and intragranular dislocation glide, resulting in a diminished elongation of 746% and a reduced m of 0.39. These findings elucidate the critical factors behind the varying superplastic performance of TC4 alloy under different temperatures and different strain rates, which is significant to further study the complex mechanical behavior and deformation mechanism of TC4 titanium alloy during superplastic deformation.

Key words: TC4; superplasticity; dynamic recrystallization; microstructure evolution

Corresponding author: Zhang Lei, Master, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, P. R. China, Tel: 0086-29-86250729, E-mail: 864074691@qq.com