

非连续 TiB+TiC 颗粒增强钛基复合材料的 剧烈塑性变形行为

韩远飞, 李九霄, 项娟, 黄光法, 王立强, 吕维洁

(上海交通大学 金属基复合材料国家重点实验室, 上海 200240)

摘要:将等通道转角挤压(ECAP)应用到非连续增强钛基复合材料中。采用通道夹角 $\phi=120^\circ$ 实现了(TiB+TiC)/Ti6Al4V 钛基复合材料 1~4 道次 Bc 路径的 ECAP 变形, 研究了剧烈塑性变形对微观组织演化和力学性能的影响。结果表明, 剧烈塑性变形可以实现 TiB 纤维和 TiC 颗粒的细化, 以及基体晶粒的细化; 随着挤压道次的增加, 基体中偏聚的 TiB 细长纤维和 TiC 大颗粒也逐渐趋于均匀化, 力学性能也得到了提高, 3 道次后抗拉强度能够提高至 1205 MPa, 延伸率与挤压 1 道次相比也得到了明显提高。

关键词:金属基复合材料; 超细晶; 剧烈塑性变形; 变形行为; 微观组织

中图分类号: TG146.2

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)S1-056-05

金属材料的剧烈塑性变形能够显著地改变材料内部微观结构, 使材料内部发生位错增殖、运动、重排与湮灭^[1,2]。经过剧烈塑性变形, 材料的晶粒尺寸可以细化至亚微米(100 nm~1 μm) 甚至纳米(<100 nm) 级别^[3]。等通道转角挤压变形(equal channel angular pressing, ECAP)是目前制备高性能块状超细晶材料最有效的剧烈塑性变形方法, 也是目前最具工业化应用前景的技术之一。其原理如图 1 所示。将试样在一定的挤压力下通过 2 个轴线相交且截面尺寸相等并成一定角度的通道, 对试样引入纯剪切应力, 允许连续重复挤压, 以累积较大的等效应变, 进而达到细化晶粒的目的。该方法提出后, 国内外的研究主要集中在 fcc 金属材料^[4,5]以及 bcc 和有限的 hcp 金属材料^[6,7], 大多数 hcp 金属材料在 ECAP 变形方面的研究也主要集中在镁合金领域^[8], 仅极少文章是有关钛及钛合金的^[9], 涉及钛基复合材料 ECAP 变形获得超细晶组织以及超细晶组织形成机理的研究更是鲜见报道^[10]。

非连续增强金属基复合材料作为“轻质、耐热、高强、可变形加工”材料, 具有高的比强度、比模量, 且耐高温、耐磨损, 热膨胀系数小、尺寸稳定性好, 在航空航天和汽车等领域具有广泛的应用前景, 成为各国高新技术研究开发的重要领域^[11]。然而, 大量研究结果表明, 随着增强颗粒的加入, 材料的韧性和塑性均有不同程度的下降, 这常常是由脆性增强相颗粒的团聚、弱

结合界面及粗大颗粒和杂质元素在界面上的偏聚等造成的^[12]。如果能对材料进行大的塑性变形以细化晶粒及增强颗粒或改善增强体颗粒在基体中的团聚现象, 可以在改善基体韧性的基础上提高复合材料的整体塑性。

本工作主要目的是研究 ECAP 剧烈变形对钛基复合材料的微观组织和力学性能的影响, 深入分析变形程度对 TiB 和 TiC 颗粒增强体形貌和分布的影响规律, 为非连续增强钛基复合材料的深加工和组织、性能改善提供必要的理论基础和现实依据。

1 实验

实验中所使用的(TiB+TiC)/Ti6Al4V 复合材料来源于上海交通大学金属基复合材料国家重点实验室制

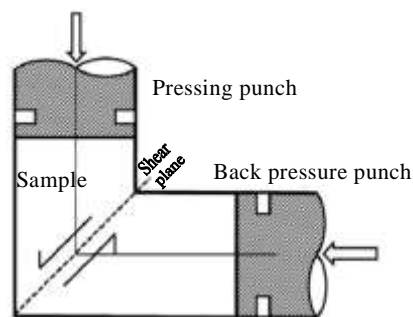


图 1 等通道转角挤压变形示意图

Fig.1 Equal channel angular pressing method

收稿日期: 2016-12-20

基金项目: 国家自然科学基金(51371114, 51501112); 西北工业大学凝固技术国家重点实验室开放课题(SKLSP201620)

作者简介: 韩远飞, 男, 1983 年生, 博士, 助理研究员, 上海交通大学金属基复合材料国家重点实验室, 上海 200240, 电话: 021-34202641, E-mail: hyuf1@hotmail.com

备的 $\Phi 25 \text{ mm} \times 1000 \text{ mm}$ 的锻件。将该复合材料切割制成 $10 \text{ mm} \times 10 \text{ mm} \times 140 \text{ mm}$ 大小作为 ECAP 初始试样，表面经磨床磨光、平整。采用体式显微镜、金相显微镜以及 FEI QUANTA 250 扫描电镜进行显微组织分析；采用 Zwick 100/SN3A 万能材料试验机测试材料的室温拉伸力学性能，拉伸试样标距为 18 mm ，应变速率 10^{-3} s^{-1} 。图 2 为原始锻件退火后的显微组织。可以看出，基体组织呈微等轴组织， α 相的体积分数约占 85%，短纤维状的 TiB 和大的 TiC 颗粒增强体约占 10%。等轴 α 相直径 $8 \sim 10 \mu\text{m}$ ，TiB 纤维长约 $20 \mu\text{m}$ ，宽约 $5 \mu\text{m}$ ，TiC 形态呈不规则状，平均直径约 $15 \mu\text{m}$ 。

本研究自行设计特殊 ECAP 变形模具，将通道夹角增加至 120° ，在 315 t 四柱万能液压机上进行 ECAP 加工，挤压速度为 8 mm/min ，挤压温度 800°C ，实现以挤压路径为 B_C 的钛基复合材料剧烈塑性变形。在挤压之前，需预热模具至 100°C 涂抹石墨润滑剂，然后放入炉中预热至 550°C 以使模具充分热透。与此同时，挤压样品也在规定温度保温 20 min 直到样品温度稳定。通过改变挤压道次（1~4 道次）完成材料的挤压。在每一道次之后，将坯料沿它的纵轴旋转 90° 。每一次 ECAP 加工之后，都需要将样品快速水冷以保留变形组织，从而完成超细晶钛基复合材料的制备。实验结束后对样品沿着长度方向进行金相和扫描电镜分析。图 3 为本研究 ECAP 挤压原理示意图及挤压后的试样。

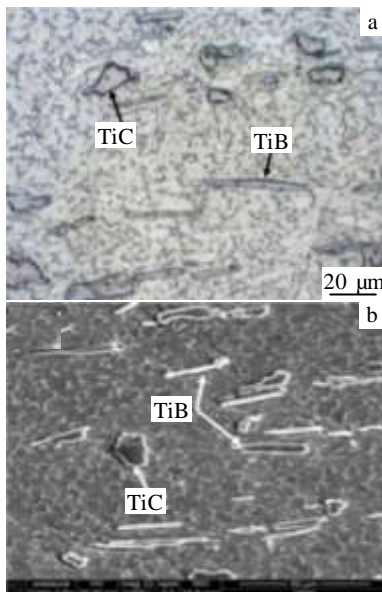


图 2 原始试样显微组织

Fig.2 Original microstructure: (a) optical micrograph and (b) SEM image

2 结果与分析

2.1 微观组织

图 4 为 TiB+TiC/Ti6Al4V 钛基复合材料在相同挤压速度下等通道转角挤压变形后，1 道次和 4 道次的宏观样品及相应的微观组织。从试样表面观察发现，经过 1 道次挤压后试样表面光滑无缺陷，但经过 4 道次挤压后，试样表面出现了明显的金属飞边。不仅如此，通过细心观察，发现试样表面还出现了 1 条一定角度的裂纹。这表明，经 4 道次挤压后，复合材料内部缺陷较多，极易使材料在承受载荷的时候出现失效现象。但从金相显微组织观察分析发现，样品经过 4 道次 ECAP 变形后，TiB 和 TiC 增强体尺寸发生明显变化，尺寸变小变细，且分布十分均匀，这对制备超细晶钛基复合材料具有重要意义。

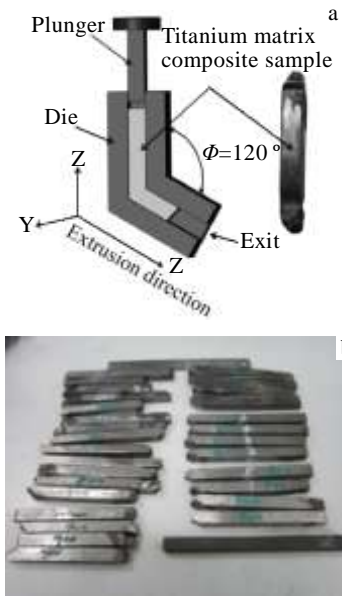


图 3 ECAP 挤压示意图和挤压后试样

Fig.3 Schematic of the ECAP process (a) and the ECAP samples (b)

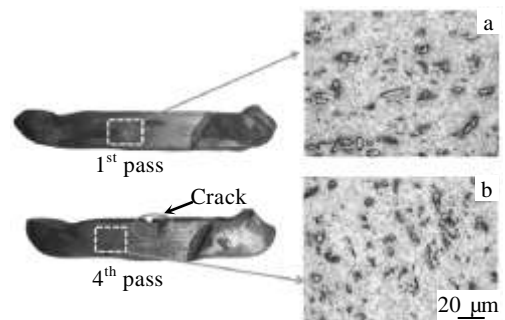


图 4 钛基复合材料 ECAP 变形宏观样品和微观组织

Fig.4 Microstructure of the ECAP extruded TMC samples: (a) 1st pass and (b) 4th pass

图 5 所示为复合材料挤压 2 道次后 SEM 像。从图 5a 低倍组织可以看出，TiB 和 TiC 颗粒增强体分布较为均匀，颗粒尺寸约为几十微米，基体钛合金等轴 α 相拉长，发生扭转现象，且与挤压方向成一定角度。从图 5b 和 5c 高倍下，可以观察到已经细化的 TiC 陶瓷颗粒增强体，但是在 TiC 颗粒增强体内部可以观察到大量的微孔缺陷，在后续加大变形中会破碎为更为细小的增强体，但也极易引发裂纹导致材料失效。图 5d 和图 5e 分别为断裂的 TiB 短纤维和 TiC 颗粒。这说明，经过 2 道次的 ECAP 变形，较长 TiB 纤维发生断裂，长径比变小且所占比重增加，TiC 颗粒也发生破碎，在后续挤压过程中极易细化缩小。

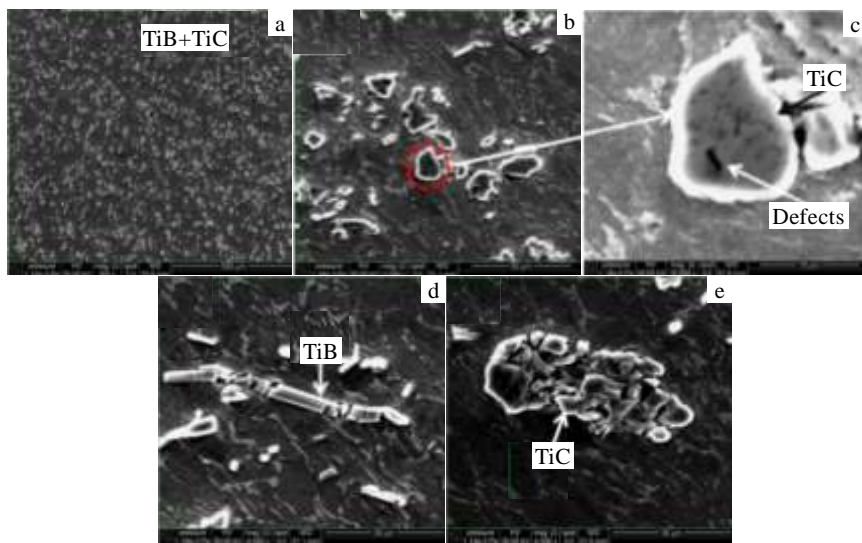


图 5 挤压 2 道次的微观组织特征

Fig.5 Microstructures of the 2nd ECAP sample: (a) low-magnification SEM image, (b) TiC particles, (c) defects in the TiC particles, (d) broken TiB short fibers, and (e) broken TiC particles

加工硬化行为的效果逐渐变得明显，然而在 4 道次之后抗拉强度却轻微降低而塑性提高。强度降低和塑性提升的原因是由于晶粒细化和加工硬化的相互作用。在第 3 道次 ECAP 加工中，TiB 纤维和 TiC 颗粒的细化会增加位错，导致位错密度在增强体界面处急剧增大，使加工硬化行为变得严重。经过 4 道次之后，延展性从 3.8% 增加到 4.5%，这主要归因于挤压过程中位错的湮灭以及大角度晶界的形成，位错极易在变形中湮灭和消除，致使(TiB+TiC)/Ti6Al4V 复合材料经过 4 道次的 ECAP 加工之后呈现出较高的伸长率，但强度的降低幅度又不大，从而保证了较高的强度。从上述结果可知，不同 ECAP 加工道次下样品的力学性能是不同的，延展性的差异主要是因为增强体和基体晶粒尺寸的变化，通过增加挤压道次能够显著提高材料的综合性能。

2.2 力学性能

图 6 所示为不同道次的 ECAP 样品的室温拉伸曲线。从图中可以看到，经过 1 道次变形，ECAP 加工的样品的抗拉强度增加至 1100 MPa，延伸率只有 2.7%。随着加工道次的增加塑性有所提升，在 3 道次时，抗拉强度增加到最大值，为 1205 MPa。对于其它材料，在经历热变形后，强度会提高，但塑性会有所下降^[10]，然而，钛基复合材料在经历 ECAP 剧烈塑性变形加工后，塑性随着加工道次的增加而提升，其原因主要是在经过数道次的 ECAP 加工后，基体的晶粒尺寸和增强体的细化促使晶界滑移，从而提高了材料的拉伸塑性。另外，从图 6 还可以观察到，在经过 3 道次变形之后，

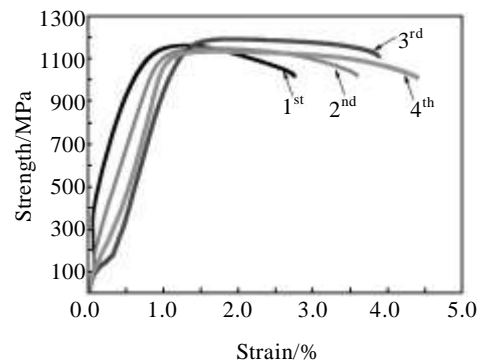


图 6 不同道次 ECAP 下 TiB+TiC/Ti6Al4V 复合材料室温拉伸性能

Fig.6 Tensile properties of TiB+TiC/Ti6Al4V composite under different ECAP pass numbers at RT

图 7 为 ECAP 变形后拉伸试样断裂后不同部位的纵向剖面 SEM 形貌。可以看出, 在低应力变形区(图 7b 远离断口区)复合材料基体和增强体都未发现裂纹。这说明复合材料断裂后, 在 TiC 和 TiB 中观察到的裂纹不是复合材料在热变形过程中产生的。而在大变形区(图 7a 断口附近), 断裂为部分 TiC 和 TiB 断裂所致, 这也说明 TiC 和 TiB 颗粒在大变形过程中承担了较大的载荷, 而且 TiC 和 TiB 中的裂纹垂直于拉伸方向, 更加说明材料的失效不是由于拉伸过程中的剪切应力引起的, 而是由于拉伸正应力的作用, 进而裂纹在大变形区中沿 TiC 和 TiB 破裂产生的空洞进行扩展, 逐渐扩展至复合材料的基体, 从而在基体中产生了大量的裂纹, 导致材料塑性降低。

通过以上的观察可知, ECAP 挤压后 TiC+TiB/Ti6Al4V 复合材料的拉伸增强体断裂过程可以用图 8 示意来说明。复合材料的拉伸断裂过程是: 首先, 增强体发生断裂, 裂纹扩展到基体, 裂纹尖端在基体中

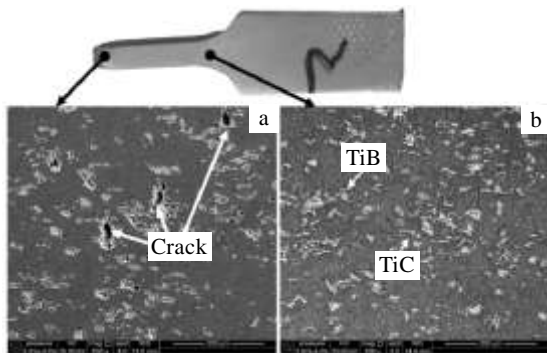


图 7 ECAP 变形后室温拉伸断裂试样不同部位的 SEM 照片
Fig.7 SEM micrographs of longitudinal sections of different deformed areas of the fractured sample at RT: (a) fracture surface and (b) far away from fracture

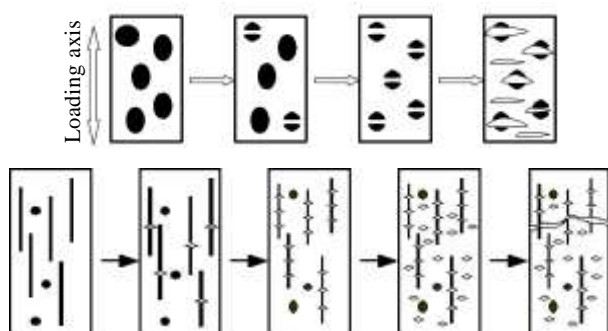


图 8 复合材料 ECAP 变形后样品室温拉伸增强体断裂过程示意图
Fig.8 Fracture schematic of the reinforcements after the ECAP process for TiB+TiC/Ti6Al4V composite

钝化, 然后新的裂纹在基体中产生, 最终裂纹扩展合并导致复合材料的失效。对于 TiB 增强体, 由于在 ECAP 变形时增强体沿金属流动方向排列, 在拉伸时 TiB 纤维首先断裂, 然后裂纹在基体中产生, 最终基体中的裂纹以及 TiB 断裂的裂纹结合, 导致了复合材料的失效。而且, 在复合材料失效过程中, 原位自生的增强体颗粒和基体之间的界面结合很好, 在复合材料拉伸失效过程中, 很多增强体断裂, 但是界面脱粘的现象没有观察到, 这说明, 原位自生的 TiC+TiB/Ti6Al4V 复合材料的界面结合很好, 可承载足够的拉应力, 达到了增强体的抗拉强度极限。

3 结 论

1) 非连续 TiB+TiC 颗粒增强钛基复合材料在 ECAP 挤压过程中可以实现 TiB 纤维和 TiC 颗粒的细化, 以及增强体分布的均匀性提高, 最终实现材料的强度的提高, 3 道次后抗拉强度能够提高至 1205 MPa。延伸率与挤压 1 道次相比也得到了明显提高。

2) 材料性能提高的原因主要归结于增强体尺寸的细化, 以及基体晶粒的细化。在此 ECAP 变形过程中, 复合材料中偏聚的 TiB 细长纤维和 TiC 大颗粒也随着挤压道次的增加逐渐破裂并均匀化分布。

参考文献 References

- [1] Estrin Y, Vinogradov A. *Acta Materialia* [J], 2013, 61(3): 782
- [2] Mani B, Paydar M H. *Journal of Alloys and Compounds* [J], 2010, 492(1-2): 116
- [3] Park K T, Hwang D Y, Lee Y K *et al. Materials Science and Engineering A* [J], 2003, 341(1-2): 273
- [4] Guo Tingbiao(郭廷彪). *Thesis for Doctor*(博士论文)[D]. Lanzhou: Lanzhou University of Technology, 2010
- [5] Park J Y, Lee D N. *Materials Science and Engineering A*[J], 2008, 497: 395
- [6] Li S Y. *Acta Materialia* [J], 2008, 56(5): 1018
- [7] Hazra S S, Pereloma E V, Gazder A A. *Acta Materialia* [J], 2011, 59(10): 4015
- [8] Kim W J, Hong S I, Kim Y S *et al. Acta Materialia* [J], 2003, 51(11): 3293
- [9] Kim I, Kim J, Shin D H *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2003, 342: 302
- [10] Han Y F, Li J X, Huang G F *et al. Materials & Design*[J], 2015, 75: 113
- [11] Lv Weijie(吕维洁), Guo Xianglong(郭相龙), Wang Liqiang(王立强) *et al. Journal of Aeronautical Materials* (航空材料学报)[J], 2014, 34(4): 139

- [12] Guo Wei(郭 炜), Wang Qudong(王渠东), Peng Jianguo(彭建国) *et al.* *Forging & Stamping Technology*(锻压技术)[J], 2010, 35(1): 4

The Severe Plastic Deformation of Discontinuous TiB+TiC Reinforced Titanium Matrix Composites

Han Yuanfei, Li Jiuxiao, Xiang Juan, Huang Guangfa, Wang Liqiang, Lv Weijie

(State Key Laboratory of Metal Matrix Composites, Shanghai Jiaotong University, Shanghai 200240, China)

Abstract: The equal channel angular pressing (ECAP) was applied to strengthen the discontinuous TiB+TiC reinforced titanium alloy. The microstructural evolution mechanism during severe plastic deformation processing was studied. The grain refinement, the deformation mechanism and formation mechanism were focused on in the preparation of ultrafine grain composite. The results indicate that the refinement of TiB fibers and TiC particles could be obtained, as well as the grain size of the matrix alloy. With the increasing of ECAP pass number, the clustered long TiB fibers and TiC big particles are also homogenized in the matrix, resulting in an improvement of the mechanical properties. After 3rd pass, the tensile strength is up to 1205 MPa, and the elongation improves comparing with the first ECAP pass.

Key words: metal matrix composites; ultrafine-grain; severe plastic deformation; deformation behavior; microstructure

Corresponding author: Han Yuanfei, Ph. D., Associate Researcher, State Key Laboratory of Metal Matrix Composites, Shanghai Jiaotong University, Shanghai 200240, P. R. China, Tel: 0086-21-34202641, E-mail: hyuf1@hotmail.com