

TC11 钛合金片层组织热变形球化机制

陈慧琴^{1,2}, 曹春晓¹, 郭 灵¹, 林 海¹

(1. 北京航空材料研究院, 北京 100095)

(2. 太原科技大学, 山西 太原 030024)

摘 要: 采用 TEM、SEM 和 EBSD 等组织分析技术研究了 β 退火态片层组织 TC11 钛合金两相区热变形球化过程中组织的精细结构和晶界特征。结果表明, 片层组织的球化过程包括 α 片内小角度晶界形变和回复亚结构的形成、 β 相沿亚晶界扩散和晶界滑动作用下片层的解体以及晶界扩散和滑动驱动下 α 晶粒的球化和组织的均匀化。EBSD 测试结果揭示了片层组织两相区热变形的球化机制为 α 相的连续动态再结晶和 β 相的动态回复或不连续动态再结晶过程。

关键词: TC11 钛合金; 热变形; 球化; 组织演变

中图分类号: TG146.2⁺3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2009)03-0421-05

钛合金在相变点以上 β 相区热加工或热处理后, 根据冷却速度的不同, 将得到不同形态的片层组织, 如水淬得到针状马氏体, 空冷和炉冷分别得到细片状和粗片状形态的 β 转变组织^[1]。这种片层组织很稳定, 一般不能像钢一样通过相变点上下的循环热处理使其球化, 只有通过两相区的强烈变形才能使其等轴化, 即钛合金片状组织的球化过程。

目前, 有关钛合金片层组织球化的机制, 有以下几种解释。文献[2]阐述了这种转变是在一系列连续发生过程的影响下发生的。而每个相中发生与单相变形相对应的过程, 即 α 相的变形是通过滑移和孪晶化的途径发生; 而 β 相则更容易发生动态多边形化和动态再结晶。然而第二相的存在给组织形成过程带来只有两相状态特有的特征, 即片状组织向球状组织的转变。变形球化过程中, 在一个或两个相中以孪晶、亚晶粒和晶粒边界形式出现由变形产生的缺陷; 这些界面的出现使呈平面的相界面失去热力学稳定性, 结果在这些边界和相界面结合处形成凹坑; 使原先呈平面的相界面呈曲折状, 时而弯向 α 相的缺陷, 时而弯向 β 相的缺陷。当 α 或 β 亚晶粒在 α 片或 β 中间层呈单层分布时, 凹坑尖端向内部边界的穿透运动就可能使 α 片或 β 中间层分割成单独的颗粒, 这些颗粒的形状和尺寸与原先形成的亚晶粒的形状和尺寸相对应。片层分成颗粒的过程, 即球化的过程, 是通过扩散途径发生的。该过程进行的程度与速度和许多因素有关, 其中高温(高于 900 °C)、低速(变形速率为 10^{-3} ~ 10^{-4} s⁻¹)、 α 相体积分数的不超过 40%~50%以及内部边界上的位向

差较大、原始片状组织较细小、亚晶粒尺寸较大等情况下, 球化过程进行完全且速度较快。而文献[3~5]研究表明, Ti-6Al-4V 钛合金在 $\alpha+\beta$ 两相区变形, 组织发生的球化过程是由速率控制的交滑移机制。该过程包括: 片层组织的变形剪切; 剪切带附近异号位错的生成; 位错产生的同时通过交滑移发生回复, 横贯滑移平面的异号位错相消, 同号位错群沿剪切带形成新界面; 以及为了降低界面能, 新形成的界面通过扩散迁移, 最后使组织成为球状。Margolin^[6,7]等通过研究 Ti-6Al-4V 钛合金魏氏组织热变形及其后热处理过程中的球化机制, 提出了魏氏组织晶内和晶界 α 片层的球化模型。晶内 α 片层的球化模型指出, 再结晶首先在 α 片层内进行, 形成 α 再结晶晶粒; 由于表面张力的作用, 破坏了 α/α 晶界和 α/β 相界上最初形成的 180° 的两面角, 从而为 β 相进入 α/β 相界以及 α/β 相界向对方的转动提供了驱动力; 与此同时, α 再结晶晶粒不断长大, 其直径逐渐大于原始片层的厚度, 直到与邻近再结晶或未再结晶的 α 片接触。晶界 α 片层球化模型的机制同样是晶界 α 片内的再结晶过程和表面张力驱动下 β 相的重新分布, 以及伴随的再结晶 α 晶粒和侧向魏氏 α 片的分离。Salishchev^[8]最近的研究提出, Ti6-Al-4V 钛合金温热加工过程中片层组织的球化过程中 α 相和 β 相均发生了连续动态再结晶, 该过程中 α 片沿变形缺陷, 如小角度和大角度晶界、剪切带和孪晶界处断开。国内清华大学的孙新军博士对钛合金片层组织的等轴化规律进行了研究^[9], 认为 TC11 钛合金片层组织在相对高温变形中发生等轴化。等轴化的微

收稿日期: 2008-02-28

作者简介: 陈慧琴, 女, 1968 年生, 博士, 教授, 太原科技大学材料科学与工程学院, 山西 太原 030024, 电话: 0351-6998646

观过程是：动态再结晶使 α 片形成晶粒串； α 和 β 相互楔入片层内晶界以及晶界滑动导致大片层解体为若干小片层；小片层的球化。可见，钛合金在两相区变形，不仅有 α 相和 β 相各自的变形和组织的演变，同时还有形变和相变之间的相互影响，这些过程连续或同时进行并相互制约，使其成为一个复杂的多机制过程。同时也给该过程组织演变机制的研究带来一定的困难。本实验采用 TEM、SEM 和 EBSD 等组织分析技术研究了 β 退火态片层组织 TC11 钛合金在两相区典型变形温度和应变速率条件下变形球化组织的精细结构和晶界特征，以揭示该合金片层组织两相区变形球化机制和组织演变过程。

1 实验方法

EBSD 试样电解抛光用电解液为：5%高氯酸+95%冰醋酸，室温电解抛光的电压 20 V，抛光时间 2 min。EBSD 测试采用 TESCAN-5136XM SEM，步长 0.5 μm 。TEM 试样电解双喷腐蚀液为 5%高氯酸+35%甲醇+60%正丁醇，用液氮冷却，电压为 35 V。TEM 组织观察在 JEM-2000FX 上进行。

2 结果与分析

2.1 变形球化过程中 α 片内的位错组态和亚结构

钛合金片层组织中 α 相和 β 相保持一定的取向关系，为半共格界面，这种界面能的高度各向异性决定了片层组织具有较高的稳定性。要实现钛合金片层组织的等轴化，就必须降低界面能的这种各向异性，使片层组织球化在热力学上成为可能^[9]。

TC11 钛合金片层组织两相区变形组织的 TEM 观察表明，变形 α 片内含有丰富的位错结构，呈现复杂的位错组态。图 1a 为位错运动受阻塞积的形态；图 1b 则为规则排列的位错墙构成的小角度亚晶界。

高温低应变速率条件下， α 片内产生的位错，可以通过动态回复排列整齐的位错墙，即形成小角度的亚晶界，进而演变成完善的亚晶组织。如图 2a 所示，为两相区高温变形条件下形成的“竹节状”的组织。这种组织的形成，一是由于高温下动态回复进行的较快， α 片内大量的位错通过动态回复形成完善的亚晶界，亚晶内则含有稀疏的位错；二是由于相应变形温度和应变速率条件下， α 片内形成的亚晶平衡尺寸与 α 片厚度相当，亚晶沿 α 片厚度分布成一层，当亚晶界迁移到相界表面时，在相界面张力和亚晶界面张力的共同作用下，形成垂直于相界面的处于平衡状态的亚晶界。从图 2b 中，可以看到，当 α 片内形成的亚晶平衡尺寸较 α 片厚度小时，则沿 α 片层厚度形成 2~3 个

亚晶粒，图中部分亚晶界由位错墙组成。

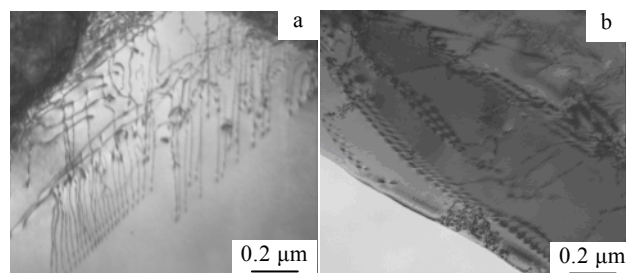


图 1 变形 α 片内的位错和位错墙构成的亚晶界

Fig.1 Dislocations in the α plate(a) and sub-structure boundaries of dislocation walls(b)

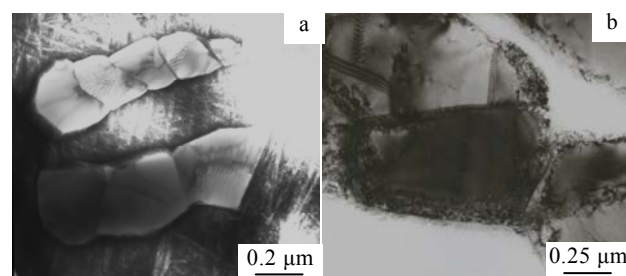


图 2 α 片内形成的亚晶界和亚晶形态

Fig.2 Sub-grains and boundaries in α plates: (a) 980 $^{\circ}\text{C}$, 0.001 s^{-1} and (b) 950 $^{\circ}\text{C}$, 0.01 s^{-1}

随着两相区变形温度的降低和应变速率的提高，动态回复过程进行的速度较慢， α 片通过滑移和孪晶化方式进行变形，如图 3 所示。 α 片内出现了大量的滑移带(图 3b)和孪晶(图 3a)。滑移带附近变形剧烈，位错密度较高，在 α 片内形成亚结构的晶界(图 3b)； α 片内的这种亚结构是处于回复亚晶形成的前期阶段，即亚结构内部稀疏的位错清晰可见，亚结构壁由丰富的位错组成，并有一定的厚度。

2.2 变形球化过程中 β 相的变形形态

TC11 钛合金片层组织在两相区的变形球化过程中，原始 β 晶粒沿变形方向拉长，晶内不同方位的 α 集束也被压弯变形或球化，与此同时，原始 β 晶粒内部被 α 片分割成不同子区域的 β 相也得到不同程度的变形和球化。该过程中，软的 β 相相当于在硬的 α 片层间被压缩变形。图 4 为 950 $^{\circ}\text{C}$, 0.001 s^{-1} 条件下球化过程中 β 相(白色)的变形组织形态。可以看出，由于基体 β 相较软， α 片层较硬，所以，变形过程中， β 相是随着相邻 α 片层的变形而变形的，围绕在球化程度不同的 α 相周围，具有与相邻 α 相大小相当的尺寸和形态。当 α 片层分解成晶粒串时，可以看到有 β 相扩散楔入 α

晶粒串的晶界内。因此, β 相晶粒的边界一般不规则。

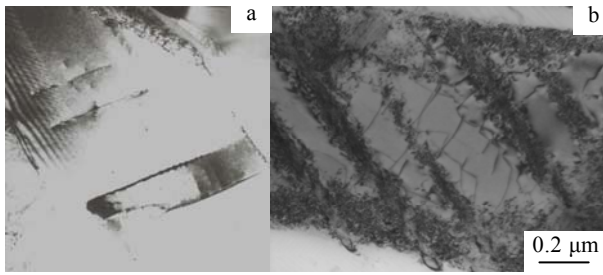


图3 变形 α 片内的亚结构

Fig.3 Sub-structure in α plates: (a) 900 °C, 0.01 s⁻¹ and (b) 850 °C, 0.001 s⁻¹

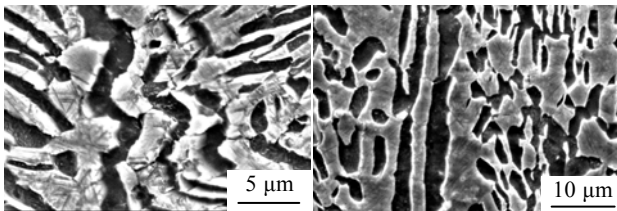


图4 950 °C, 0.001 s⁻¹ 条件下球化过程中 β 相的变形组织形态
Fig.4 β morphology during globularization processes at 950 °C, 0.001 s⁻¹

2.3 球化过程中 α 片的解体

由上所述, TC11 钛合金片层组织的球化过程中, 由变形和动态回复在 α 片内形成的滑移带、孪晶界和亚晶界等, 把 α 片层分割成细小的亚结构, 这些亚结构的进一步分离将造成 α 片层的解体, 实现片层组织的等轴化过程。通过组织的观察分析和研究, 认为 α 片内亚结构的分离包括几方面的因素。

2.3.1 晶界扩散

片层组织的球化过程中, α 片内形成大量的亚晶界。当亚晶界迁移到相界面时, 由于相界面的钉扎作用, 亚晶界失去继续迁移的能力。同时, 在亚晶界和相界张力的共同作用下, 在亚晶界和相界接触处形成热蚀沟槽, 沟槽在亚晶界和相界张力的作用下处于平衡状态, 所以, 热蚀沟槽程度与 α 亚晶界面能有关。图5为 α/β 相界上的热蚀沟示意图。由图5可得出 α/α 界面能 $\gamma_{\alpha/\alpha}$ 与 α/β 界面能 $\gamma_{\alpha/\beta}$ 之间的关系为:

$$\gamma_{\alpha/\alpha} = 2\gamma_{\alpha/\beta} \cdot \cos\theta \tag{1}$$

式中, $\gamma_{\alpha/\beta}$ 一般为恒定值。所以 $\gamma_{\alpha/\alpha}$ 晶界面能越高, θ 越小, β 相楔入越深。当 α/α 界面为小角度晶界($<15^\circ$)时, $\gamma_{\alpha/\alpha}$ 随晶界角的增加而增加。然而, 当其成为大角

晶界($>15^\circ$)后, $\gamma_{\alpha/\alpha}$ 与晶界角大小几乎无关^[9]。这说明由晶界角的增加导致界面能升高对 β 相楔入的作用是有限的。但是, 由于热蚀沟的形成, 使得沟槽附近 α/β 界面的曲率半径小于远离沟槽处 α/β 界面的曲率半径, 因而, 前者 β 相内 Al 元素(α 稳定化元素)含量高于后者, 而 Mo 元素(β 稳定化元素)的含量恰好相反。上述浓度差使得 Al 和 Mo 原子发生相对扩散, 进而导致沟槽附近 α 相逐渐溶解, β 的楔入深度逐渐增加, 由此造成 α/β 界面发生迁移。同时, 由于晶界通道扩散的作用, 最终使 β 相扩散贯穿整个 α 片截面, 如图6所示。由曲率半径差造成的这种由浓度差驱动的 α/β 界面的迁移, 在继续变形或随后的退火过程中, 将进一步促使 α 晶粒的球化。

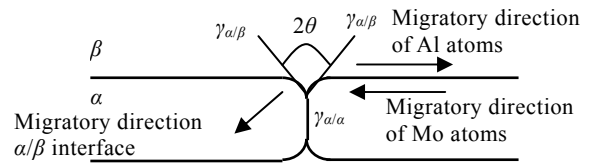


图5 α/β 相界面上的热蚀沟示意图

Fig.5 Thermal etching groove on α/β interface

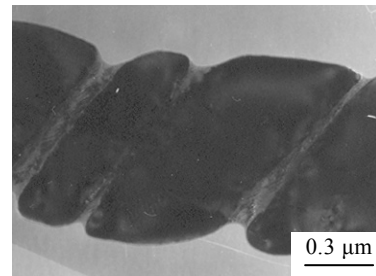


图6 β 相楔入使片层解体

Fig.6 Lamellar splitting by β diffusing

2.3.2 晶界滑动

晶界滑动是一种重要的塑性变形方式, 如在细晶超塑性变形过程中, 晶界滑动具有极其重要的作用。当 α 片内具有滑移带和亚晶界等内部界面时, 后续的变形便将首先沿着这些界面滑动。图7为晶界滑动导致片层 α 分离解体的情况。可见, 晶界滑动对片层组织球化过程的作用。

片层组织球化过程中, 上述片层分离解体的两种模式并不是单独作用的, 而是同时发生并相互促进的。 β 相的扩散楔入使界面滑动更加容易进行; 而界面滑动则会促进界面附近原子的扩散, 使 β 相的扩散楔入加快。两者共同作用且相互促进使得片层不断解体, 球化过程得以顺利进行。

2.4 球化过程中变形 α 相和 β 相内的晶界取向分布

上述球化过程中 α 片内的位错组态和亚结构表明, TC11 钛合金片层组织球化过程中 α 片经历了同单相组织热变形过程中一样的滑移和孪生、位错密度增加以及高温回复过程中通过位错的相消和攀移形成亚晶组织的过程。但是动态再结晶过程是在此基础上, 产生大角度晶界或产生具有大角度晶界的新晶粒的过程。因此, 本实验进一步研究了球化过程中, 变形 α 片和 β 相内的晶界取向差分布, 以进一步揭示球化过程中组织演变的机制。

如图 8 所示, 为 TC11 钛合金退火态炉冷片层组织在 950 °C, 0.001 s⁻¹ 条件下变形组织的晶界取向差分布。应变为 0.7 时, α 相中的大角度晶界比例较高, 小角度晶界占有一定的比例。小角度晶界取向差在 3° 左右有一峰, 其余小角度晶界的比例较小, 小角晶界向大角晶界的过渡是连续的; 当应变增加到 1.2 时, α 相中的 3° 左右的小角度晶界所占比例稍有降低, 小角晶界向大角晶界连续过渡的规律性更加明显。说明球化过程中, α 相发生了连续动态再结晶过程。

而 β 相中的晶界取向差分布图中, 小角度晶界的比例较高, 且都集中在 3°~5° 的峰值处, 其余为大角晶界。小角晶界向大角晶界的过渡是不连续的, 说明该变形条件下, β 相内发生的是动态回复或不连续动态再结晶过程。图 8a, 8c 还表明, 小角晶界随着应变的增加而减少, 大角度晶界且随着应变的增加而增加。

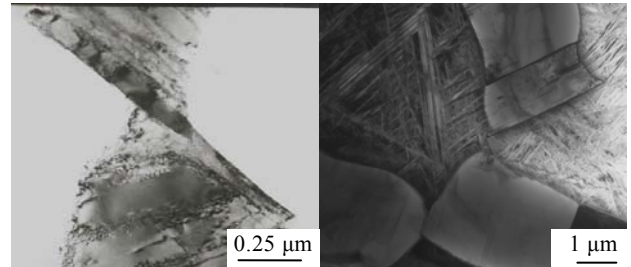


图 7 片层组织球化过程中变形沿亚晶界滑动

Fig.7 Sliding along the sub-boundary during globularization of lamellar structure

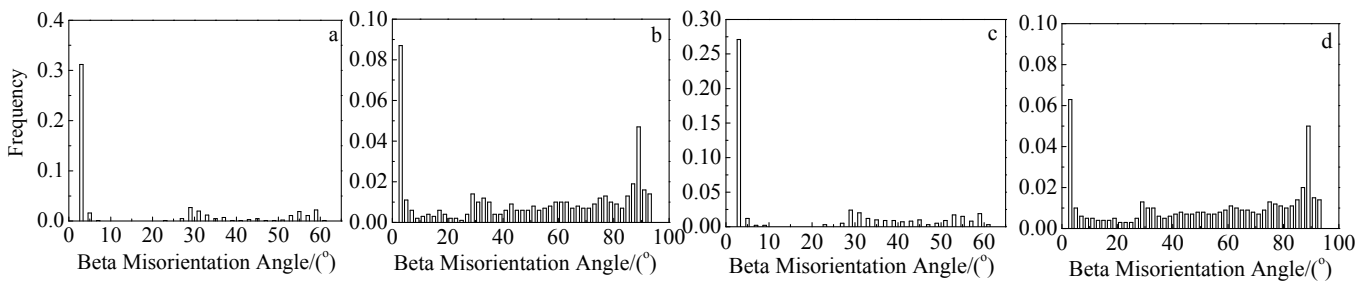


图 8 片层组织球化过程中的晶界取向差分布图

Fig.8 Misorientation distribution during globularization of lamellar structure: (a,b) $\epsilon=0.7$ and (c,d) $\epsilon=1.2$

3 结 论

热变形可以在片层组织中引入变形位错、滑移带和孪晶界等微观缺陷。相变点以下高温区的变形过程中, 位错通过滑移和攀移机制的回复在 α 片内形成规则排列的亚晶界。这些高能量微观缺陷的出现, 降低了片层的稳定性。一方面可以使变形沿着亚晶界进行滑动, 直接造成片层组织的解体; 但更重要的是, 这些亚晶界一旦达到相界面, 将破坏相界面的平衡, 在亚晶界处形成热蚀沟。热蚀沟的存在又造成了附近相界面合金元素的浓度梯度, 进而在浓度梯度的驱动下使相界面发生迁移。相界面的迁移促进 β 相沿亚晶界的扩散楔入; 同时, 由于晶界通道扩散的作用, 最终造成片层组织的解体。片层组织解体后, 在晶界浓度梯度和晶界滑动的共同作用下, 晶粒逐渐球化, 并

随着变形两相组织逐步均匀化。因此, 钛合金片层组织的球化过程大致包括 3 个步骤, 即 α 片内小角度变形和回复亚结构的形成; β 相沿亚晶界扩散和晶界滑动作用下片层的解体; 以及晶界扩散和晶界滑动驱动下 α 晶粒的球化和组织的均匀化。EBSD 晶界取向差分布测试表明, 该过程中, α 相发生了连续动态再结晶过程, 而 β 相则经历的是动态回复或不连续动态再结晶过程。

参考文献 References

- [1] Zeng Weidong(曾卫东), Zhou Yigang(周义刚). *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2002, 38(12), 1273
- [2] Chen Huiqin(陈慧琴), Lin Haozhuan(林好转), Guo Ling(郭灵) et al. *Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2007, (1): 60

- [3] Seshacharyulu T, Medeiros S C, Morgan J T *et al. Scripta Materialia*[J], 1999, 41(3): 283
- [4] Seshacharyulu T, Medeiros S C, Morgan J T *et al. Materials Science and Engineering*[J], 2000, A279: 289
- [5] Seshacharyulu T, Medeiros S C, Frazier W G *et al. Materials Science and Engineering*[J], 2002, A325: 112
- [6] Semiati S L, Seetharaman V, Weiss I. *JOM*[J], 1997(6): 33
- [7] Semiati S L, Seetharaman V, Weiss I. *Advances in the Science and Technology of Titanium Alloy Processing*[C]. USA: The Minerals, Metals & Materials Society, 1997: 3
- [8] Salishchev G A, Zerebtsov S V, Mironov S Y *et al. Materials Science Forum*[J], 2004, (467~470): 501
- [9] Sun Xinjun(孙新军). *Equiaxialization Process of Titanium Alloy Lamellar Microstructure and Super-plasticity of Ultra-fine Grained Titanium Alloy*(钛合金片层组织的等轴化规律及超细晶钛合金超塑性研究)[D]. Beijing: Tsinghua University, 1999

Globularization Mechanisms during Hot Deformation Processes of TC11 Alloy with Lamellar Structure

Chen Huiqin^{1,2}, Cao Chunxiao¹, Guo Ling¹, Lin Hai¹

(1. Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

(2. Taiyuan University of Science and Technology, Taiyuan 030024, China)

Abstract: Microstructure and grain boundary character during hot deformation globularization processes of TC11 alloy with annealed-lamellar structure were investigated by TEM, SEM and EBSD techniques. The results indicate that globularization processes include: 1) forming of sub-structures with low-angle boundaries by deformation and recovery in α plates; 2) disintegrating of α plates by diffusion and slipping along grain boundaries; 3) globularizing of α grains and homogenizing of structure by diffusing and slipping along grain boundaries. EBSD testing results indicate that globularization mechanisms during hot deformation processes of the alloy with lamellar structure are continuous dynamic recrystallization occurring in α plates and dynamic recovery or discontinuous dynamic recrystallization occurring in β phase.

Key words: TC11 titanium alloy; hot deformation; globularization; microstructure evolution

Biography: Chen Huiqin, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Taiyuan University of Science and Technology, Taiyuan 030024, P. R. China, Tel: 0086-351-6998646