

退火处理对 TA15 合金晶界取向差演化特性的影响

刘 勇, 朱景川, 王 洋

(哈尔滨工业大学, 黑龙江 哈尔滨 150001)

摘 要: 利用背散射电子衍射(EBSD)及透射电子显微镜(TEM)技术研究 TA15 合金不同温度退火后晶界取向差变化情况。结果表明, 800 °C 退火处理有少量小角晶界转化为大角晶界; 退火温度提高到 950 °C, 大角晶界分数大幅度增加; 小角晶界转化为大角晶界的平均激活能为 151.4 kJ/mol, 等于 α 钛的自扩散激活能, 说明了小角晶界向大角晶界转变是由钛原子的自扩散控制; TEM 观察结果表明, 800 °C 退火处理后亚晶界变为具有六方网络的位错网络, 950 °C 退火处理则得到大量的等轴晶。

关键词: TA15 合金; 退火处理; 晶界取向差

中图分类号: TG146.2⁺3; TG113

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2009)08-1390-04

晶界作为材料重要的微观组织组成部分, 对性能具有重要的影响。晶界取向差是晶界研究的核心内容。传统的晶界取向研究一般借助于透射电镜分析, 但利用该方法研究晶界取向差, 研究区域很小, 并且表征过程比较复杂。背散射电子衍射(EBSD)技术的发展为材料取向分析提供了一种比较便利的方法, 应用越来越广泛^[1-5]。本工作利用 EBSD 方法结合透射电子显微镜(TEM)技术研究了 TA15 合金退火后晶界取向差的变化。

1 实 验

本实验所采用的材料为 TA15 钛合金, 化学成分(质量分数, %): V1.5, Zr2.1, Mo1.5, Al6.1, Fe<0.25, Si<0.15, N<0.05, C<0.10, O<0.15, H<0.015, Ti 为余量。原始材料为热轧棒材, 金相组织如图 1 所示。白色相为初生 α 相, 分布在转变 β 相基体上。初生 α 相具有一定长径比。

退火处理是在 10 kW 的高温箱式炉中进行。试样加热到设定温度后保温 10 min, 然后快速取出试样, 空冷至室温。EBSD 试样按如下步骤制备: 试样经过粗磨、细磨后, 用电解抛光的方法进行抛光。电解液成分为: 70%高氯酸 47 mL, 蒸馏水 13 mL, 乙酸 1000 mL。电解抛光操作方法: 配好电解液, 打开电源, 电压调到 28 V, 不锈钢作为阴极, 试样作为阳极, 放入电解液中, 两极保持平行, 间距 1 cm, 抛光 1 min, 快速取出试样, 用乙醇冲洗并吹干。用 EBSD 方法分

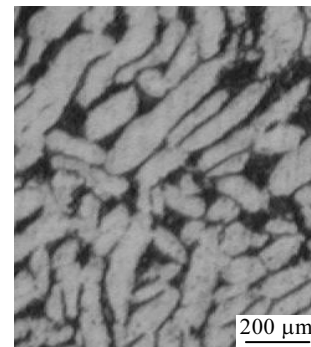


图 1 TA15 合金原始金相组织

Fig.1 Optical microstructure of starting TA15 alloy

别测定晶粒分布及晶界状况。

2 结果与讨论

2.1 晶界取向差 EBSD 研究

图 2a 给出了 TA15 合金晶界分布状态。其中深色区域为 β 相。浅色衬度部分为 α 相。初生 α 相内部存在很多小角晶界, 说明这时材料处于不完全的再结晶状态。图 2b 为 EBSD 给出的晶界取向差累积分布图, 给出了晶界分布的定量信息。可以看到, 晶界差小于 15° 的晶界占相当的一部分, 大约为 65%, 大于 15° 的大角晶界仅占 35%。

图 3a 给出了 TA15 合金 800 °C 退火处理后的晶界分布状态。其中初生 α 相衬度较浅, β 转变相为深色区域。可以看出, 初生 α 相中存在较多的三维小角晶界。

收到初稿日期: 2008-07-23; 收到修改稿日期: 2009-05-05

作者简介: 刘 勇, 男, 1975 年生, 博士, 副教授, 哈尔滨工业大学材料科学与工程学院, 黑龙江 哈尔滨 150001, 电话: 0451-86413792, E-mail: lyonghit@hit.edu.cn

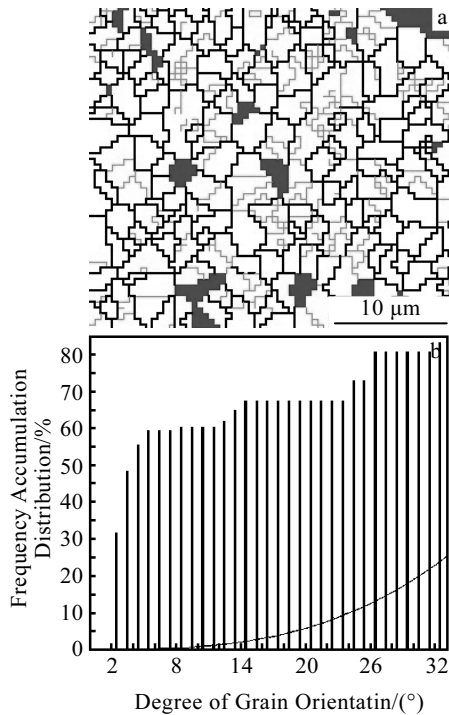


图 2 TA15 合金原始组织中的晶界分布及 α 相的晶界取向差累积分布

Fig.2 Grain boundary distribution in starting microstructure of TA15 alloy (a) and grain boundary orientation accumulation distribution (b)

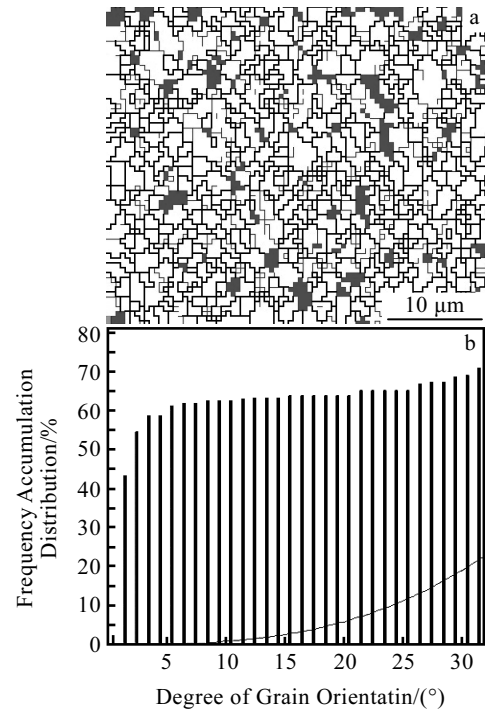


图 3 TA15 合金 800 °C 退火处理后的晶界分布及 α 相的晶界取向差累积分布

Fig.3 Grain boundary distribution of TA15 alloy annealed at 850 °C (a) and grain boundary orientation accumulation distribution (b)

图 3b 为晶界取向差的累积分布图。可以看到晶界差小于 15° 的晶界占相当一部分，大约为 60%，大于 15° 的大角晶界占 40%。与原始状态相比，大角晶界所占比重有所增加，说明 800 °C 退火处理，晶界取向差增大，一部分小角晶界转化为大角晶界。

图 4a 给出了 TA15 合金 950 °C 退火处理后晶界分布状态。其中初生 α 相的晶界被黑色线标出， β 转变相中的晶界被浅色线标出。图 4b 为晶界取向差的累积分布图。可以看到晶界差小于 15° 的晶界占相当一部分，大约为 20%，大于 15° 的大角晶界占 80%，说明 950 °C 保温 10 min，有相当数量的小角晶界转化为大角晶界。

2.2 大角晶界分数与温度的关系

图 5 给出了原始状态和 800、950 °C 退火处理后的大角晶界分数比较图。大角晶界的数量是再结晶的表征。在 800 °C 处理后只发现少量大角晶界；只有退火温度提高到 950 °C 时，大角晶界分数才大幅增加。利用上述数据，可以进行 TA15 合金大角晶界生成的热力学研究。大角晶界的数量与退火温度具有密切的关系，可以认为其是热激活的过程。利用阿累尼乌斯方程，大角晶界的变化可以写为：

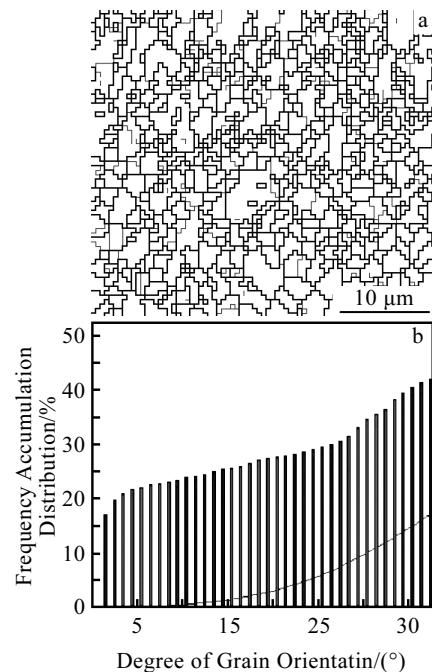


图 4 TA15 合金 950 °C 退火处理后的晶界分布及 α 相的晶界取向差累积分布

Fig.4 Grain boundary distribution of TA15 alloy annealed at 950 °C (a) and grain boundary orientation accumulation distribution (b)

$$X_1 - X_0 = A \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right) \quad (1)$$

式中, X_0 为原始状态下的大角晶界的数量, X_1 为某一温度充分退火时的大角晶界的数量, Q 为小角晶界转化为大角晶界的激活能, R 为普适气体常数, T 为绝对温度。

将有关数据代入, 得到小角晶界转化为大角晶界的激活能: $Q=151.4$ kJ/mol, 此激活能相当于 α 钛的自扩散激活能。说明了小角晶界向大角晶界的转变由钛原子的自扩散控制。

2.3 退火处理后的 TEM 组织观察

图 6 给出了 800 °C 退火处理后的典型 TEM 照片。可以观察到位错启动, 呈现位错列形态, 形成对称倾侧的亚晶界。由 2 组或以上位错组成的位错网络, 在位错节点处发生位错反应, 使节点转化为一段新的位错线, 亚晶界变为具有六方网络的位错网络。亚晶界的存在使其两侧存在取向差。这对应 EBSD 状态下观察到的亚晶界。

图 7 为 950 °C 退火处理得到的 TEM 照片。可以看到, 晶粒为细小等轴状, 说明发生了较完全的再结晶; 晶粒之间存在大角晶界; 晶粒内部几乎观察不到位错和亚晶界。这与 EBSD 观察是一致的。

以上观察说明, 在退火过程中位错在热激活作用下, 位错滑移系启动, 进而发生位错的相互作用, 并导致位错网的产生。位错网发展成为亚晶界。随退火温度的升高, 亚晶界不断吸收位错, 亚晶界两侧的取向差不断增加, 即亚晶界不断向大角晶界转化。结合前面分析可知, 小角晶界向大角晶界转化的过程由钛原子的自扩散所决定。一般情况下, 位错的运动包括两种: 滑移和攀移。位错的攀移需要原子的扩散。结合大角晶界生成激活能的计算可知, 大角晶界的生成由位错的攀移机制控制。

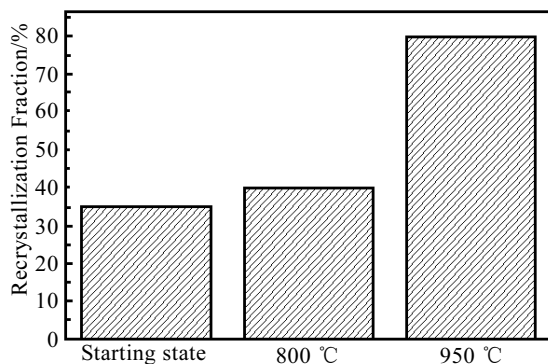


图 5 大角晶界分数与退火温度的关系

Fig.5 The annealing temperature dependence of the amount of large angle grain boundary

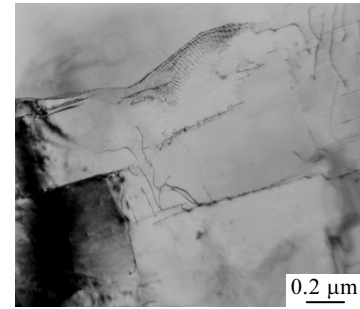


图 6 TA15 合金 800 °C 退火处理后的 TEM 照片
Fig.6 TEM image of TA15 alloy annealed at 800 °C

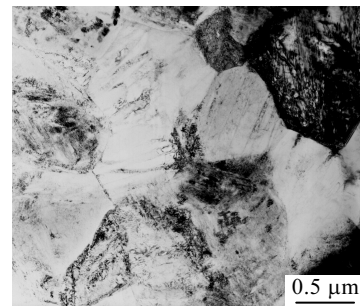


图 7 TA15 合金 950 °C 退火处理后的 TEM 照片
Fig.7 TEM image of TA15 alloy annealed at 950 °C

3 结 论

- 1) 在 800 °C 退火处理后有少量小角晶界向大角晶界转变; 只有退火温度提高到 950 °C 时, 大角晶界分数才大幅度增加。
- 2) 大角晶界生成的激活能为 151.4 kJ/mol, 相当于 α 钛的自扩散激活能, 说明了小角晶界向大角晶界的转变由钛原子的自扩散控制。
- 3) 经 800 °C 退火处理亚晶界变为具有六方网络的位错网络, 950 °C 退火处理得到大量的等轴晶。

参考文献 References

[1] Cao Shengquan(曹圣泉) *et al. Physical Testing and Chemical Analysis Part A: Physical Testing*(理化检验, 物理分册)[J], 2004, 40(4): 163

[2] Chen Shanhua(陈善华) *et al. Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2006, 31(3): 1

[3] Glavicic M G *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2003, 351: 258

[4] Stanford N *et al. Acta Materialia*[J], 2004, 52: 5215

[5] Ivasishin O M *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2002, 337: 88

Effects of Annealing Heat Treatment on Grain Boundary Orientation Differential Evolution of TA15 Alloy

Liu Yong, Zhu Jingchuan, Wang Yang

(Harbin University of Technology, Harbin 150001, China)

Abstract: The evolutions of grain boundary orientation differential of TA15 alloy after annealing heat treatments at different temperatures were investigated by EBSD and TEM. The results show a few small-angle grain boundaries of TA15 alloy transformed into large-angle grain boundaries when annealed at 800 °C; more grain boundaries with large angle appeared greatly while annealed at 950 °C; the average thermal activation energy was 151.4 kJ/mol for the transformation from small-angle grain boundaries to large angle grain boundaries, which is equal to the self-diffusion activation energy of α -Ti; it means that the transformation from the small-angle grain boundaries to the large-angle boundaries was controlled by the self-diffusion of titanium atoms. TEM micrographs show sub grain boundaries transformed into dislocation net with hexagonal net at the annealing temperature of 800 °C, while lots of equiaxed grains were obtained after annealing treatment at 950 °C.

Key words: TA15 alloy; annealing heat treatment; grain boundary orientation differential

Biography: Liu Yong, Ph. D., Associate Professor, School of Materials Science and Engineering, Harbin University of Technology, Harbin150001, P. R. China, Tel: 0086-451-86413792, E-mail: lyonghit@hit.edu.cn