

高度稳定化 β 型 Ti40 阻燃钛合金的动态再结晶行为

赵永庆¹, 舒滢¹, 曾卫东², 吴玮璐¹, 吴欢¹, 周义刚², 杨海瑛¹, 李倩¹

(1. 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

(2. 西北工业大学, 陕西 西安 710072)

摘要: 采用热压缩试验方法, 对高度稳定化的 β 型 Ti40 阻燃钛合金的动态再结晶行为进行了研究。结果表明, Ti40 合金的动态再结晶形核机制为亚晶形核、晶界弓出形核和位错塞积形核等多种机制; Ti40 合金高温塑性变形后, 空冷及 850 °C 退火的再结晶晶粒呈现混晶现象; 1000 °C 退火, 再结晶晶粒充分长大, 是完全再结晶的结构特征。

关键词: 钛合金; Ti40; 动态再结晶; 加工变形

中图分类号: TG146.2⁺3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2009)08-1432-05

钛合金因具有优异的综合性能在众多领域得到广泛应用, 尤其是在航空领域。飞机和发动机越先进, 使用钛量越高, 如美国的 F22 飞机和其发动机使用钛量均为结构重量的 41%^[1], B787 和 A380 飞机使用钛量为结构重量的 15% 和 10%。但钛合金在高性能的航空发动机的苛刻环境中存在燃烧的危险, 引发了阻燃钛合金的研制。中国自 1993 年开始研制阻燃钛合金, 作者领导的课题组已成功研制出 Ti40 (Ti-25V-15Cr-0.2Si) 阻燃钛合金^[2], 合金研制达到吨级规模, 成功研制出合金的环材等^[3]。Ti40 合金在热加工过程中极易开裂^[4], 研究合金加工过程中的再结晶行为是制定合理加工工艺参数的重要依据。但针对 Ti40 合金在加工过程中的动态再结晶行为的研究报道很少, 本实验对 Ti40 合金在热加工过程中的再结晶行为进行研究, 为提高合金的成品率和合金的深入研究奠定基础。

1 实验

实验用 Ti40 阻燃钛合金是经过两次真空熔炼的 350 kg 铸锭。从铸锭上切取并加工成 $\phi 8 \text{ mm} \times 12 \text{ mm}$ 的圆柱试样, 在 Gleeble 1500 热模拟试验机上进行热压缩试验。变形温度范围为 900~1100 °C, 应变速率为 0.01~10 s^{-1} , 变形量 ϵ 为 10%~70%, 变形后空冷。变形后的试样沿轴向剖开, 沿轴向切取厚度 0.3 mm 的薄片。按常规方法制备金相试样, 采用 HF:HNO₃:H₂O=1:3:5 腐蚀剂腐蚀。将 0.3 mm 的薄片用常规磨制 TEM 样的方法, 减薄至 0.05 mm, 再用双喷电解法减薄制取 TEM 样, 在 JEM-200GX 透射电镜(TEM)上观察显

微组织。

2 实验结果

图 1 为 Ti40 合金在不同热压缩条件下发生动态再结晶的金相照片。晶界处均有新的晶粒出现。Ti40 阻燃合金在热模拟压缩试验时, 采取的冷却方式是空冷, 有足够的条件发生亚动态再结晶。所谓亚动态再结晶, 是指热变形过程中已经形成的、但尚未长大的动态再结晶晶核、以及长大到中途又被遗留下来的再结晶晶

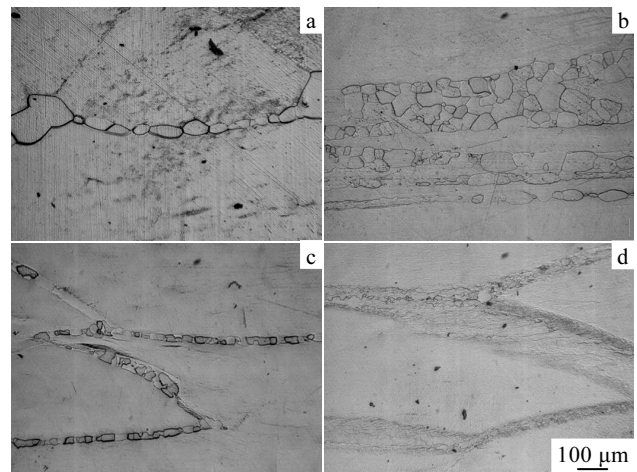


图 1 Ti40 阻燃合金热变形过程中的再结晶金相照片

Fig.1 Metallographs of recrystallization in Ti40 alloy during hot processing: (a) 1100 °C, 10 s^{-1} , $\epsilon=30\%$, (b) 1100 °C, 10 s^{-1} , $\epsilon=70\%$, (c) 1000 °C, 1 s^{-1} , $\epsilon=50\%$, and (d) 1050 °C, 0.1 s^{-1} , $\epsilon=70\%$

收到初稿日期: 2008-07-26; 收到修改稿日期: 2009-06-25

基金项目: 国家重点基础研究发展计划(“973”计划)(2007CB613807)及国家科技支撑计划(2007BAE07B01)

作者简介: 赵永庆, 男, 1966 年生, 博士, 教授, 博导, 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016, 电话: 029-86266577, E-mail: trc@c-nin.com

粒, 在变形停止后, 温度又足够高时, 这些晶核和晶粒会继续长大, 这一软化过程称为亚动态再结晶。本研究观察到的再结晶晶粒, 大多为热变形后冷却过程中通过亚动态再结晶形成的, 因为这些再结晶晶粒的晶界都比较光滑, 没有再次承受变形的迹象, 且这些晶粒因变形过程中回复率较高, 消耗能量多, 位错密度小, 冷却过程中没有足够的能量使再结晶晶粒长大, 呈现大小晶粒混杂的现象, 即混晶现象。由图 1 也可以看出, 随应变速率提高, 再结晶晶粒长大、增多, 这是由于应变速率增加, 动态回复过程减弱, 位错密度必然增加, 因而冷却过程中亚动态再结晶的驱动力大, 再结晶晶粒增大、增多。

3 分析讨论

3.1 动态再结晶的基本特征

Ti40 阻燃合金在应变速率较大或温度较高时的塑性变形比较容易发生动态再结晶, 并且动态再结晶的形貌和发生区域都有自身的基本特征。

3.1.1 亚晶

图 2 是 Ti40 阻燃合金在 $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$, 0.01 s^{-1} , 变形量为 70% 时动态再结晶的 TEM 照片。可以明显地看到亚晶内丰富的位错及亚结构, 亚晶粒也呈现不规则状, 是典型的动态再结晶微观特征, 从而充分证明了 Ti40 阻燃合金在高温塑性变形时产生了动态再结晶。

3.1.2 亚动态再结晶

从热压缩试样的低倍照片 (如图 1a) 可知, Ti40 合金在高温塑性变形后的冷却过程中, 已经形成的、但尚未长大的动态再结晶晶核, 将继续长大, 出现亚动态再结晶。图 3 为经 $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ 退火后, 亚动态再结晶晶粒长大后的形貌。再结晶晶粒更加等轴化, 很多原来亚动态再结晶平直的晶界都变得外凸圆滑了, 具有继续生长的趋势。晶粒长大吞并了不少原始 β 大晶粒, 再结晶晶粒的体积分数增加。



图 2 Ti40 合金在 $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$, 0.01 s^{-1} , 变形量 70% 时的亚晶
Fig.2 Sub-grains in Ti40 alloy, occurring at $1050\text{ }^{\circ}\text{C}$, 0.01 s^{-1} , $\varepsilon=70\%$

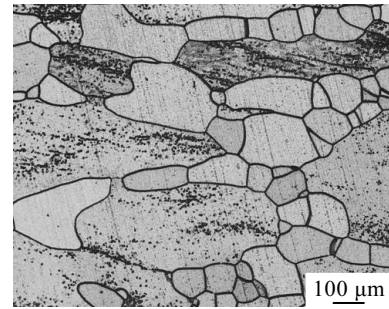


图 3 Ti40 合金经 $850\text{ }^{\circ}\text{C}$, 30 min 退火后的亚动态再结晶形貌
Fig.3 Metadynamic recrystallization in Ti40 alloy annealed at $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ for 30 min

3.1.3 混晶

比较图 1a 和变形量更大 (70%) 的金相照片 (图 1b) 可看到: 随变形量的增大, 原始 β 晶粒被拉得更长了, 动态再结晶晶粒数量也更多, 晶粒尺寸更小。经 $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ 退火后 (图 4), 原来没有出现动态再结晶的原始 β 晶界上, 也形成了一排排细小的再结晶颗粒。这种由拉长的大晶粒和等轴化的小的再结晶晶粒组成的微观组织, 是典型的混晶组织。

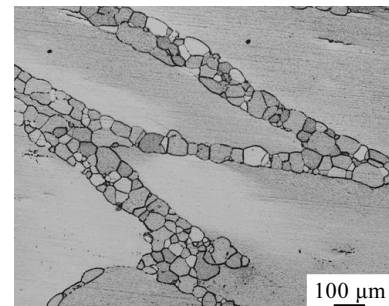


图 4 Ti40 合金经 $850\text{ }^{\circ}\text{C}$, 30 min 退火后的混晶形貌
Fig.4 Mixed grain structure in Ti40 alloy annealed at $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ for 30 min

3.1.4 连续再结晶

在高温低应变速率下, 在合金的金相组织中可以观察到有大量再结晶晶粒的出现, 且晶界成锯齿状, 这是典型的连续再结晶现象 (图 1d)。经 $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ 退火后 (图 5), 这种锯齿状的晶界仍然存在, 再结晶晶粒由于相互吞并的结果, 尺寸变大, 数量减少。再结晶晶粒间的晶界也变得更明显了, 这是因为它们之间的取向差增大所致。

3.2 再结晶的形核机制

再结晶晶核易在塑性变形引起的最大畸变处形成, 主要是在晶界和三叉晶界处。再结晶的形核有自发形核、亚晶形核、位错塞积形核和晶界弓出形核等几种。

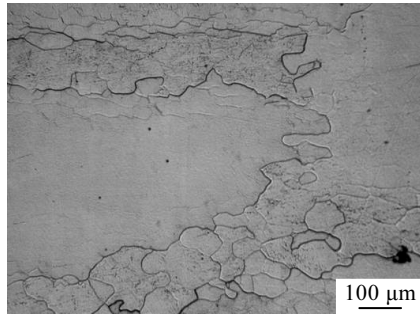


图 5 Ti40 合金经 850 °C, 30 min 退火后的连续再结晶形貌

Fig.5 Continuous recrystallization in Ti40 alloy annealed at 850 °C for 30 min

Ti40 合金在高温塑性变形过程中的动态再结晶形貌呈现多样性, 表明是多种形核机制的结果。

3.2.1 位错塞积形核

一般认为, 在变形金属组织的缺陷周围易出现位错塞积现象, 进而形成高位错密度区。变形组织中的第二相颗粒及多个晶界交界处就属于这种情况。

图 6 和图 7 分别给出了 Ti40 合金以析出物颗粒为形核源的再结晶和在晶界交界处形核的现象。可明显

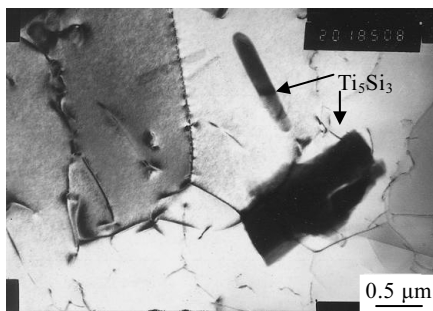


图 6 Ti40 合金析出物周围再结晶的 TEM 照片

Fig.6 TEM image of recrystallization around precipitates in Ti40 alloy

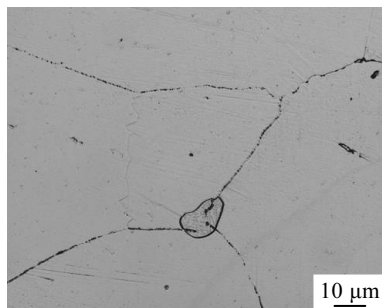


图 7 Ti40 合金晶界交界处的再结晶晶粒

Fig.7 Recrystallization grains at joint point of grain boundaries in Ti40 alloy

地看到亚晶内针状和块状的硅化物颗粒, 充分表明位错塞积形核是该合金的一种再结晶形核机制。

3.2.2 亚晶形核

变形温度较低、应变速率较高时, Ti40 合金热变形易出现变形带。变形带之间为位向差角急剧变化的区域, 称为过渡带, 过渡带是典型的形核地带之一。由于变形带贯穿于整个晶粒中, 且在较低温度下晶界迁移率低, 因此动态再结晶晶粒在基体中均匀分布, 数量较多, 且尺寸小。图 8 是 Ti40 合金在较低温度和较高应变速率下, 变形带处的再结晶形貌。这种在变形带处的形核, 通常认为是亚晶形核。它是由变形金属的亚晶结构中不与大角度晶界邻接的亚晶, 吞并与之邻接的其它亚晶而以不连续的方式长大, 而成为再结晶晶粒。

图 8c 是亚晶的特殊形貌。原始 β 晶粒的晶界并没有被新生成的细小动态再结晶晶粒取代, 而是在原始晶界两边生成了很多细小的亚晶, 相邻的亚晶之间是小角度亚晶界。这种再结晶不以原始晶界的弥散质点为形核源, 说明不是以位错塞积机制而是以亚晶形核机制进行的。

3.2.3 晶界弓出形核 (应变诱发晶界迁移)

Ti40 合金在高温、低应变速率、小变形量变形时的微观组织形貌表现为: 在迁移界面上形成凸出物(图 9a)或舌状物(图 9b)。迁移的界面扫掉其途径上的缺陷。

Ti40 合金内部的各晶粒取向具有差别。当变形量低时, 不同取向的晶粒所经受的变形量不同, 变形的

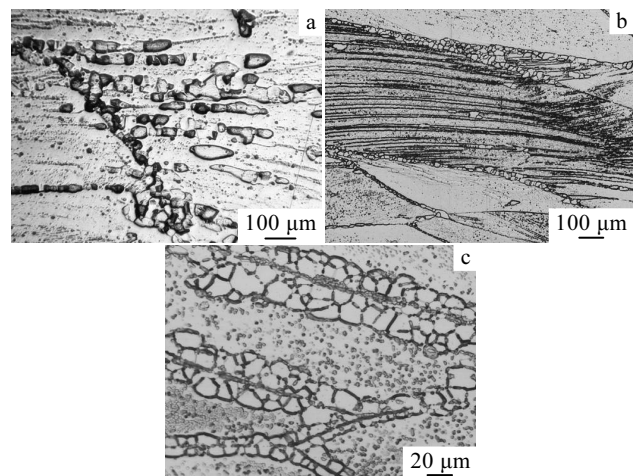


图 8 亚晶形核长大的再结晶形貌

Fig.8 Recrystallization morphologies of subgrain nucleation growth: (a) 950 °C, 1 s⁻¹, $\epsilon=70\%$, (b) 950 °C, 1 s⁻¹, $\epsilon=50\%$, and (c) 950 °C, 10 s⁻¹, $\epsilon=50\%$, annealed at 850 °C for 30 min

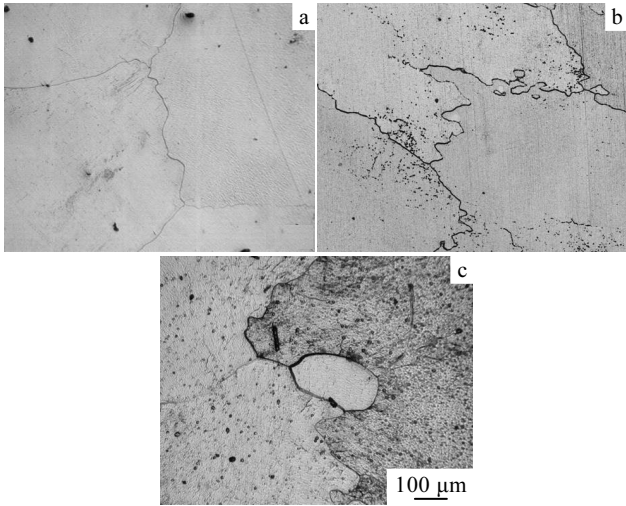


图 9 晶界弓出形核长大的再结晶形貌

Fig.9 Recrystallization morphologies of initial grain boundary bulging nucleation growth: (a, b) 1050 °C, 0.1 s⁻¹, $\epsilon=10\%$, annealing at 850 °C for 30 min, and (c) 1100 °C, 0.01 s⁻¹, $\epsilon=10\%$

这种不均匀性，导致各晶粒的变形和位错密度不同，即晶界两侧的位错密度有较大的差别。当 Ti40 合金在高温(1050~1100 °C)、应变速率较低(0.01~0.1 s⁻¹)变形时，在变形过程中，会发生晶界的一个线段向着位错密度高的晶粒一侧突然移动，被这段晶界扫掠过去的那块小面积，位错互毁而降低到最低的密度，这块小区域就成为再结晶晶核。当然，这种形核过程并不是每处都可以进行，而是要求晶界两侧有较大的位错密度差；也不是随时可进行，而是需要一个较长的孕育期。当扫掉的缺陷所引起体积能的下降大于因形成舌状物及界面长度增加所引起晶界能的增加时，界面可以出现局部迁移。最终，变形后，可以得到具有舌状物特征的组织。

舌状物破坏了结点处晶界能的平衡，因而开始时具有局部性质的迁移在进一步的加热过程中引起整个晶界系统的重排，并在有利的条件下，造成晶粒的急剧长大（图 9c）。

3.3 晶粒长大机制

再结晶完成之后，金属处于较低的能量状态，但从界面能的角度来看，细小的晶粒要合并成粗大的晶粒，使总晶界面积减小、界面能降低，组织趋于稳定。因此，当再结晶完成后，若继续升高温度或延长加热时间，晶粒还会继续长大，即为晶粒长大阶段。加热温度越高或加热时间越长，晶粒的长大就越明显。

Ti40 合金高温塑性变形后，空冷及 850 °C 退火的

再结晶晶粒基本处于形核和晶核生长期，没有完全长大，呈现混晶现象。为此，进行了 1000 °C，30 min 的完全再结晶退火。图 10 为热压缩试验条件为 1000 °C，1 s⁻¹ 时，不同热处理制度：空冷、850 °C 退火和 1000 °C 退火后的显微组织。

从图 10 可以看出：变形量为 30% 时，空冷后，再结晶晶粒小而少，且不连续；变形量为 70% 时，晶内有变形带，再结晶晶粒略大，数量略增；850 °C 退火后，再结晶晶粒明显增多，并沿晶界连续分布，大的和小的再结晶晶粒共存；1000 °C 退火后，再结晶进行得较充分，属于完全再结晶，晶粒尺寸大且较均匀，基本上替代了原来的大晶粒。

从图 10e 和图 10f 可以明显看到，小晶粒基本为四边形，且有外凸的晶界，而大晶粒的界面数较多而具有内凹晶界。这是因为晶粒长大过程发生在无应变组织中，正在长大的晶粒与正在缩小的晶粒在内部贮能上并无差异。为了最大限度地降低局部自由能，晶

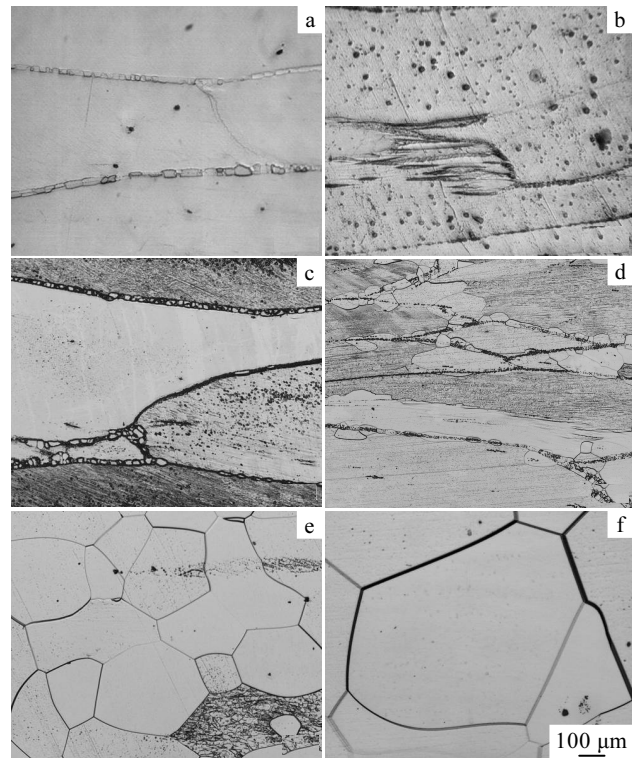


图 10 Ti40 合金 1000 °C，1 s⁻¹ 变形后不同热处理条件下的再结晶形貌

Fig.10 Recrystallization morphologies of Ti40 alloy deformed at 1000 °C, 1 s⁻¹ after different heat treatments: (a) $\epsilon=30\%$, AC, (b) $\epsilon=70\%$, AC, (c) $\epsilon=30\%$ annealed at 850 °C for 30 min, (d) $\epsilon=70\%$ annealed at 850 °C for 30 min, (e) $\epsilon=30\%$ annealed at 1000 °C for 30 min, (f) $\epsilon=70\%$, annealed at 1000 °C for 30 min

界总是趋于平直；另一方面，晶界在其相交处又必须满足界面张力的局部平衡。对于一颗具有内凹晶界的晶粒，晶界的平直化趋势使其不断向其曲率中心移动，以降低界面能，从而必然破坏界面张力在晶界相交处的平衡，于是晶界的端部必须随之向外移动以恢复这种平衡，从而又使晶界弯曲。这种循环移动过程使得这颗具有内凹晶界的晶粒不断长大。晶粒长大过程中，晶界始终向其曲率中心的移动是以界面能为主要驱动力的，这是晶粒长大过程的共同特征。大晶粒的界面数较多且具有内凹晶界，所以在晶粒长大过程中随着晶界向其曲率中心的移动，小晶粒将不断缩小并趋于消亡，而大晶粒则不断长大。

变形量为 70% 时，完全再结晶的晶粒尺寸已经长大到 500 μm 左右，这种大的再结晶组织，不如变形量为 30% 完全再结晶的晶粒尺寸 200 μm 左右的组织均匀。其原因是变形量增加，晶内位错密度增高，晶核生长的驱动力增大，晶界迁移距离大，因此产生的一次再结晶晶粒比小变形量的尺寸大（图 10c 和 10d）。所以，为了获得良好的中间锻造组织，改善材料的加工性能，变形量不应该选择太大也不宜太小，50% 左右是比较理想的单火次变形量。

4 结 论

1) 在温度 900~1100 $^{\circ}\text{C}$ 、应变速率 0.01~10 s^{-1} 的范围内，Ti40 合金低温高应变速率变形时，亚晶形核是主要的动态再结晶形核机制；在高温、低应变速率、小变形量变形时，晶界弓出形核是其主要机制；在其它大部分的变形条件下，位错塞积形核是主要的动态再结晶形核机制。

2) Ti40 合金高温变形后，空冷以及 850 $^{\circ}\text{C}$ 退火的再结晶晶粒基本处于形核和晶核生长期，没有完全长大，呈现混晶现象。1000 $^{\circ}\text{C}$ 退火，再结晶晶粒已充分长大，是完全再结晶的结构特征。

参考文献 References

- [1] Boyer R R. *Mater Sci Eng A*[J], 1996, 213: 103
- [2] Zhao Yongqing, Zhu Kangying. *Trans Nonferrous Met Soc China*[J], 1998, 18(3): 465
- [3] Zhao Yongqing(赵永庆). *Titanium Industry Progress*(钛工业进展)[J], 2005, 22(4): 1
- [4] Zhao Y Q, Zhu K Y, Qu H L *et al. J Mater Sci*[J], 2003, 38: 1579

Dynamic Recrystallization Behavior of Highly Stabilized β Ti40 Titanium Alloy

Zhao Yongqing¹, Shu Ying¹, Zeng Weidong², Wu Weilu¹, Wu Huan¹, Zhou Yigang², Yang Haiying¹, Li Qian¹

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

(2. Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

Abstract: Dynamic recrystallization behavior of Ti40 burn-resistant alloy, a highly stabilized β titanium alloy, was researched by hot compression test. The results indicate that the nucleation mechanism of dynamic recrystallization of Ti40 alloy includes subgrain nucleation, initial grain boundary bulging nucleation and dislocation pile-up nucleation. After high temperature plastic deformation, air-cooling and annealing at 850 $^{\circ}\text{C}$, the recrystallization grains of the alloy present mixed grain structure. Recrystallization grains grow sufficiently after the alloy is annealed at 1000 $^{\circ}\text{C}$, which is whole recrystallization structure.

Key words: titanium alloy; Ti40 alloy; dynamic recrystallization; deformation

Biography: Zhao Yongqing, Ph. D., Professor, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, P. R. China, Tel: 0086-29-86266577, E-mail: trc@c-nin.com