

Ti-55531 合金变形及断裂行为的原位 SEM 分析

黄朝文¹, 谭长生², 辛社伟³, 赵永庆³, 万明攀¹

(1. 贵州大学 高性能金属结构材料与制造技术国家地方联合工程实验室, 贵州 贵阳 550025)

(2. 西安理工大学, 陕西 西安 710048)

(3. 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

摘要: 采用原位 SEM 拉伸方法对比分析了 Ti-55531 合金片层和双态组织静载下的变形及断裂行为。结果表明, 静载下 α 相的特征参数对该合金的形变、裂纹萌生及扩展有强烈影响。片层组织中粗大次生 α_s 片较软, α_s 片最先变形促进位错滑移, 位错运动至次生 α_s 和残留 β_r 的界面处堆积, 塑性变形导致局部应力集中促进裂纹萌生, 并沿 α_s/β_r 相界面扩展。双态组织中初生等轴 α_p 是相对最软相且尺寸较大, 位错滑移自由程较大, 易启动多系滑移, α_p 内不同位向的滑移线交割促进应力集中, 部分位错在 α_p/β_{trans} 界面处堆积产生应力集中, 两者导致微裂纹萌生于 α_p 内及 α_p/β_{trans} 界面, 并沿 α_p/β_{trans} 界面和 α_p 聚集处扩展。

关键词: Ti-55531 合金; 变形行为; 断裂机理; 原位 SEM 分析

中图分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)01-0331-06

Ti-55531 及 Ti-5553 合金作为当前国际最新的高强韧钛合金之一, 已逐渐替代 Ti-1023, 用于制造大型客机的起落架、发动机舱吊挂接头等关键承力部件^[1,2]。航空结构件服役环境的复杂性, 导致其变形及断裂行为也比较复杂。因此, 对航空结构材料的变形和断裂机理及其影响因素的深入研究, 掌握结构件用材料的变形及断裂规律, 进而对结构设计的优化, 延长关键结构件的服役寿命, 是保证大型客机的安全稳定飞行的重要基础。近年来, 虽然对 Ti-55531 及 Ti-5553 合金的研究报道颇多, 如文献[3-6]对 Ti-5553 合金在固溶升温及冷却、以及后续时效过程的固态相变等问题做了大量工作; 文献[7-10]研究了 Ti-55531 及 Ti-5553 合金在不同温度区的热加工变形行为; 文献[11,12]研究了 C 或 Si 元素对 Ti-5553 固溶时效过程组织演化行为; 文献[13]对特定温度下 Ti-5553 合金单相 β 和 β/α 两相态的微观结构和力学性能分别进行了研究, 建立了热处理过程控制 Ti-5553 组织与性能的研究体系; 文献[14-16]研究了不同初始状态下 Ti-5553 钛合金疲劳形变机制及其循环变形响应, 同时初步探讨了该合金的疲劳裂纹萌生问题等。然而上述研究主要集中在合金的相变、组织-性能关系方面, 关于组织对合金形变、裂纹萌生及扩展行为的影响报道极少, 由于该合金服役过程的变形损伤相关

数据不完善, 对大飞机结构安全设计及该合金的推广应用都带来困难。

鉴于此, 作者前期系统研究了 Ti-55531 合金片层和双态组织状态在拉伸^[17]、扭转^[18]及高周疲劳^[19]等载荷下的变形及断裂行为, 初步揭示了该合金在不同载荷情况下显微组织特征对其变形及断裂的影响规律。但是, 这些研究结果都是基于非原位测试的变形及断裂前后试样组织特征变化的对比结果, 未能完全揭示合金变形过程组织的真实演化及对合金变形和断裂的影响规律。由此, 本实验借助能实时观测合金变形及断裂行为的原位 SEM 拉伸检测技术, 对比分析 Ti-55531 合金片层和双态两种组织状态的形变及断裂特征, 进一步揭示组织对合金形变行为、裂纹萌生及裂纹扩展的影响规律, 以期能为大飞机结构安全性设计提供基础数据, 同时也对前期研究成果的正确性进行验证。

1 实验

原材料是由西部超导材料科技有限公司提供的 $\Phi 350$ mm 的 Ti-55531 合金成品棒。所有实验材料均取自该棒材, 合金的相变点为 $(830 \pm 5)^\circ\text{C}$ ^[20]。对试样分别采用 860°C , 2 h, AC (air cooling) 和 790°C , 2 h, AC 的

收稿日期: 2019-01-22

基金项目: 国家自然科学基金 (51471136, 51801037); 贵州省科技计划项目(黔科合平台人才[2018]5781号); 贵州省教育厅青年科技人才成长项目(黔教合 KY 字[2018]104)

作者简介: 黄朝文, 男, 1988 年生, 博士, 副教授, 贵州大学材料与冶金学院, 贵州 贵阳 550025, 电话: 0851-86327683, E-mail: huangchaowen318@163.com

固溶，在统一的时效工艺 600 °C, 6 h, AC 热处理后，分别获得片层和双态组织，如图 1 所示。片层组织(图 1a)由粗大的 β 晶粒($\sim 250 \mu\text{m}$)内析出的长片次生 α_s 和残留 β_r 交错排列而组成。且 β 晶界处有少量晶界 α_{GB} ， β 晶粒内有大量尺度为 $10\sim 20 \mu\text{m}$ 的显微组织不均匀微区，但宏观表现为均匀组织；双态组织(图 1b)由弥散分布的等轴 α_p 、晶界 α_{GB} 、细小针状次生 α_s 及残留 β_r 组成，具体组织特征参数详见前期文献[17]的报道。

原位 SEM 拉伸实验在 FEG-450 热场发射扫描电子显微镜上进行，试样尺寸如图 2 所示。试样经热处理、精加工后，利用金相砂纸和尼龙布进行打磨和抛光，然后对试样表面进行腐蚀，以便观察试样表面的组织形貌。试样加载后，每间隔一定的位移量 (0.1 mm)，暂停进行高倍拍摄，以获取试样表面组织变形情况。其余时间则全程录像，以便动态分析试样的拉伸变形及断裂全过程。

2 结果与分析

2.1 Ti-55531 合金片层和双态组织原位 SEM 拉伸曲线

Ti-55531 合金片层和双态 2 种组织原位 SEM 拉伸曲线如图 3。2 种组织的名义应力强度 σ 均随名义应变 ε 的增加呈先缓慢增加，到最大值后急速下降

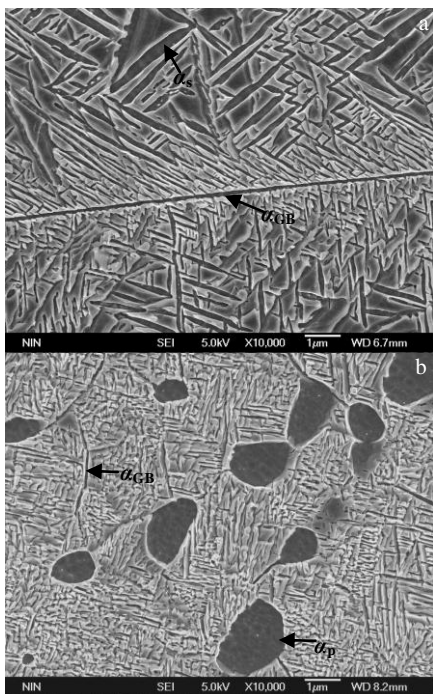


图 1 Ti-55531 合金热处理后的显微组织

Fig.1 Microstructures of Ti-55531 alloy after heat treatments: (a) lamellar microstructure and (b) bimodal microstructure

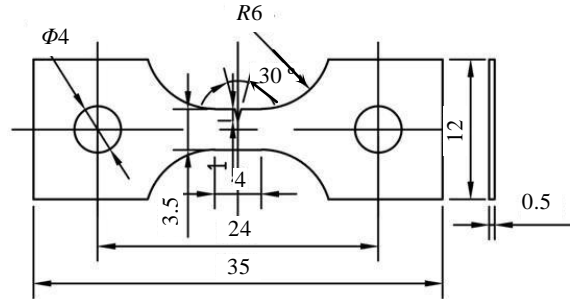


图 2 原位 SEM 拉伸试样尺寸

Fig.2 Geometry of in-situ SEM tensile specimen

的趋势(图 3)。这不同于该合金室温拉伸曲线有明显屈服现象和明显的应变强化阶段^[17]。原因可能是试样尺寸不同及原位试样带缺口所致，而与组织差异无关，因为原位 SEM 拉伸试样原料、热处理工艺及 2 种组织形态都与室温拉伸一致，区别仅在于原位 SEM 试样形状及尺寸不同于室温拉伸试样，且 2 种组织原位 SEM 拉伸曲线与相应的室温拉伸曲线的区别都相似，都表现出同样的上述变化趋势。另外，对比 2 种组织原位拉伸曲线发现，2 种组织表现出明显不同的应变硬化速率，总体而言片层的名义应力-应变曲线斜率比双态的大，即片层的应变硬化速度显著的比双态的高。片层在名义应变为 18.50% 时，强度达到最大值 1252 MPa。双态的强度最大值(1080 MPa)比片层的小，但双态的最大名义应变($\sim 22.50\%$)却大于片层($\sim 19\%$)。如此不同的力学行为表现与 2 种组织不同的变形和损伤行为密切相关，后面将从 2 种不同组织的变形及裂纹萌生和扩展行为进一步的对比分析。

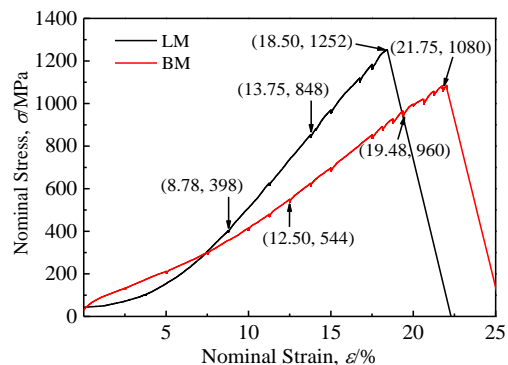


图 3 Ti-55531 合金片层和双态组织原位拉伸曲线

Fig.3 In-situ tensile nominal stress-strain curves of Ti-55531 alloy with lamellar microstructure (LM) and bimodal microstructure (BM)

2.2 合金片层和双态组织的变形及裂纹萌生的原位分析

图 4 为随变形量增加片层组织的变形和裂纹萌生特征, 图中方框为原位分析的标记位置。当名义应变 ϵ 为 8.78% 时, 对比变形前后(图 4a 和 4b), 组织几乎没有变化。因为在 8.78% 的名义应变下, 强度(398 MPa)仅为最大强度(1252 MPa)的 1/3 左右(图 4a), 根据强度水平可推断该变形量在弹性范围内, 所以没有明显的塑性变形特征。随变形的继续进行, 当 ϵ 到 13.75% 时, 强度值为最大强度的 2/3 左右, 接近屈服值。此时组织内出现局部的应力集中促进局部塑性变形, 导致组织的颜色衬度加深(图 4c 标记位置)。强度随变形的进一步增加也增加。当 ϵ 到 18.50% 时强度达到最大值, 标记处组织发生严重的塑性变形, 微裂纹在片层的次生 α_s 片内或 α_s/β_r 界面处萌生(图 4d)。根据前期研究结果^[17]可知, 片层中粗大 α_s 片比 β_r 片软, 片层的塑性主要由粗大 α_s 片的塑性变形提供。因此, 随变形量的增加, α_s 和 β_r 两相变形不协调, α_s/β_r 界面处容易堆积位错, 形成应力集中, 最终导致微裂纹在此处萌生。当局部应力超过较软的 α_s 的极限强度时, α_s 内部也将可能萌生微裂纹^[19]。

图 5 为双态组织随变形量增加的变形特征, 图中圆圈为原位分析的标记。图 6 为双态组织中微裂纹的萌生特征。随变形量的增加, 双态的变形主要体现在

等轴 α_p 上, 在 SEM 下几乎观察不到 β_{trans} 的微观变形(图 5)。其原因与普通拉伸和扭转变形时相同, 等轴 α_p 比 β_{trans} 软, 因此双态的变形主要由等轴 α_p 承担^[17,18]。当名义应变 ϵ 量为 12.5% 时, 拉伸强度(544 MPa)为最高强度(1080 MPa)的一半左右(图 3)。此时, 试样整体未屈服, 但是局部开始屈服, 产生塑性变形, 等轴 α_p 内开始出现明显的滑移线(图 5b)。随变形的增加, ϵ 达 19.48% 时, 强度快接近最高强度水平, 试样整体屈服。此时, 等轴 α_p 内滑移线数量显著增加(图 5c)。当 ϵ 达到 21.75% 时, 强度达到最大值, 试样发生严重塑性变形, 等轴 α_p 内滑移线密集排列(图 5d)。需要说明的是, 由于该试样主裂纹未沿图中标记处扩展, 且扩展路径离标记位置有一定距离, 所以即使强度已到达最大值, 但图中标记位置仍未观察到裂纹萌生特征。但实际上, 当强度达到最大值时, 局部区域早已萌生了很多微裂纹, 且该双态组织试样萌生微裂纹后, 裂纹很快扩展至整体断裂, 来不及原位观察裂纹的萌生特征。为了进一步研究裂纹的萌生行为, 对断裂试样的主裂纹附近区域进行了仔细分析, 找到很多尚未扩展的次生裂纹, 进行高倍放大发现了许多微裂纹的萌生特征, 如图 6。进一步分析表明, 双态变形时, 微裂纹主要在等轴 α_p 内的滑移带处(图 6a)和 α_p/β_{trans} 界面处(图 6b)萌生。另外, 等轴 α_p 的尺寸对塑性变形有显著影响, 等轴 α_p 的尺寸越大, 变形越剧烈。如图 5 所

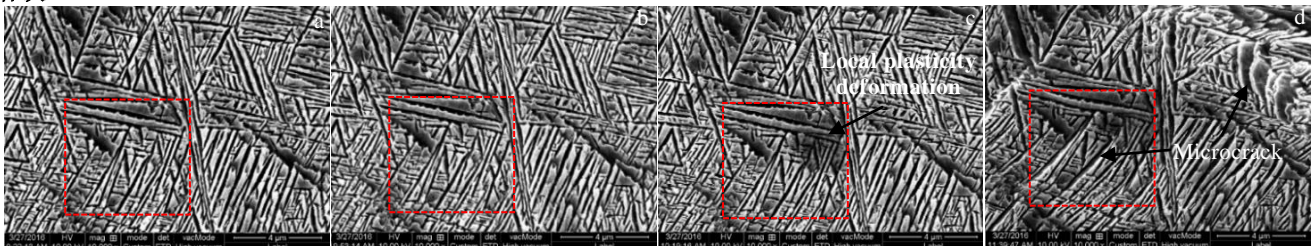


图 4 片层组织的变形及微裂纹萌生行为

Fig.4 Microcrack initiation behavior of LM: (a) original microstructure, (b) nominal strain of 8.78%, (c) nominal strain of 13.75%, and (d) nominal strain of 18.50%

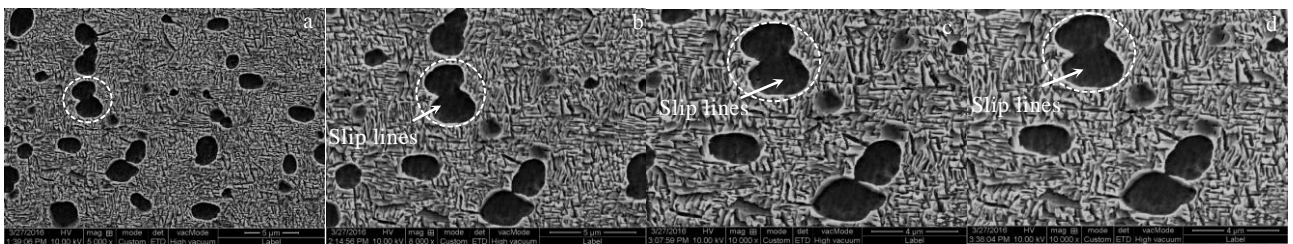


图 5 双态组织的变形行为

Fig.5 Deformation behavior of BM: (a) original microstructure, (b) nominal strain of 12.5%, (c) nominal strain of 19.48%, and (d) nominal strain of 21.75%

示,圆圈标记周围的等轴 α_p 的尺寸都比标记处 α_p 的尺寸小,拉伸过程当标记处 α_p 内已经有明显高密度滑移线时,周围的等轴 α_p 内仍然几乎没有明显的滑移线产生。因此,等轴 α_p 尺寸越大,强度越低,越易先屈服产生塑性变形。2 种组织的原位 SEM 拉伸结果显示,微裂纹萌生前试样可能没有整体塑性变形,但都表现出显著的局部塑性变形(图 4c、5d)。该原位 SEM 拉伸还进一步证实了微裂纹的萌生是组织内部局部塑性变形不协调的结果。

2.3 合金片层和双态组织裂纹扩展的原位 SEM 分析

图 7 是片层组织裂纹扩展行为的原位 SEM 分析。片层组织拉伸时,裂纹穿过 α_s 片扩展, α_s 片取向的各向异性促进裂纹在相邻 α_s 片间扩展时发生偏折。裂纹尖端的应力集中导致 α_s 片变形,进一步促进裂纹扩展路径的曲折。如图 7a 为裂纹扩展初期,裂纹前端 α_s 片被剪切变形,由于裂纹穿过 α_s 片时发生偏转,导致路径曲折。随变形量的继续增加,裂纹发生分叉,在裂纹尖端的塑性区产生微裂纹,微裂纹相互连接形成长裂纹(图 7b)。

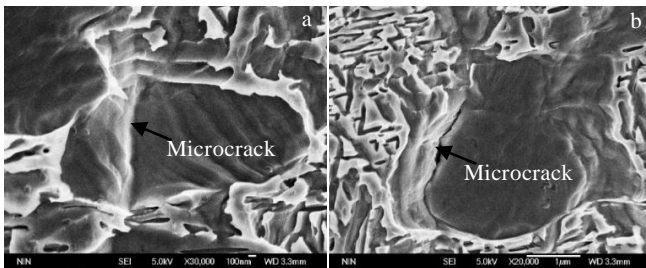


图 6 双态组织的微裂纹萌生特征

Fig.6 Microcracks initiation behavior of BM: (a) microcrack initiates on slip lines in α_p interior and (b) microcrack initiates on α_p/β_{trans} interface

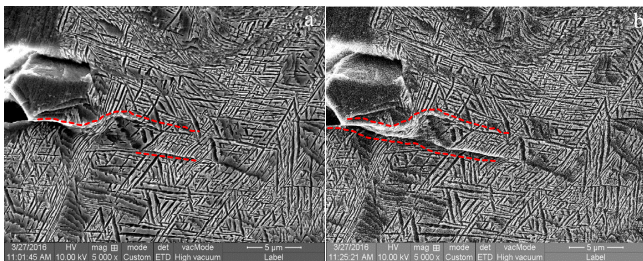


图 7 片层组织的裂纹扩展行为

Fig.7 Microcracks propagation behavior of LM: (a) some lamellar α_s sheared during the earlier stage of microcrack propagation and (b) microcrack bifurcation, small microcracks connect into relative long cracks

图 8 为双态组织裂纹扩展行为的原位 SEM 分析。双态组织拉伸时,裂纹主要穿过相对较软且尺寸较大的等轴 α_p 聚集处扩展,由于等轴 α_p 的不均匀分布和外加载荷的双重影响,导致裂纹扩展路径有较大的波折,最终裂纹扩展路径也比较曲折。图 8a 为裂纹扩展的初期状态,此时主裂纹前端出现一个塑性区,塑性区内有少量滑移带和微裂纹,裂纹扩展方向与拉伸主应力轴呈 23.37° 的夹角。此时主裂纹尺寸较小,且裂纹扩展方向与最大切应力方向(与拉伸主应力轴呈 45° 夹角的方向)相差较大,偏差约为正的 11.5° 左右,此时主裂纹尖端裂纹扩展主要受组织的影响。随变形量的增加,主裂纹长度增加,主裂纹前端塑性变形区尺寸也增大,塑性区内滑移带和微裂纹数量也增多。此时主裂纹扩展受组织的影响逐渐减小,外加载荷对主裂纹尖端扩展方向的影响逐渐占主导,因此主裂纹扩展方向朝最大切应力方向偏转,与拉伸主应力轴夹角增大至接近最大切应力方向(图 8b)。继续变形,主裂纹长度随变形量的增加而继续增加,但此时主裂纹扩展方向与拉伸主应力轴夹角进一步增大至 69.29° ,即与最大切应力方向的正偏差缩小后又朝与最大切应力方向呈负偏差的方向继续偏转,而且负偏差还在逐渐增大(图 8c)。说明此时影响主裂纹扩展的主要因素又发生转变,主导因素从外加载荷又转变为组织因素。因为,如果主导裂纹扩展的因素仍为外加载荷,则主裂纹扩展方向与最大切应力方向的正偏差逐渐缩小后,裂纹应该继续保持沿最大切应力方向扩展直至试样断裂。但是,刚好相反,在裂纹扩展的后期,裂纹扩展方向一直保持与最大切应力方向呈现 15° 以上的偏差(图 8c、8d)。说明此时组织因素比最大切应力对裂纹扩展路径的影响更大。进一步的分析发现,影响裂纹扩展的关键组织因素是较软且尺寸较大的等轴 α_p 。裂纹主要穿过较大尺寸的等轴 α_p 聚集处或沿 α_p/β_{trans} 界面扩展(图 8d)。

如前所述,因为大尺寸的 α_p 强度比小尺寸的 α_p 更低,更易先屈服发生塑性变形(图 5),较大塑性变形后, α_p 内滑移带开裂萌生裂纹(图 6a 和图 8d 中 1 区),相邻 α_p 内微裂纹长大相互连接形成更长的裂纹,从而促进裂纹扩展(图 8d 中 2 区)。在局部无 α_p 区域,裂纹在 β_{trans} 内的扩展机制和全片层组织中裂纹扩展机制相同,裂纹主要沿次生 α_s 片与残留 β_i 基体界面扩展,少量裂纹穿过 β_{trans} 组织内向强度相对较低的 α_s 片扩展。裂纹扩展过程,等轴 α_p 内不同的滑移带及 β_{trans} 内 α_s 片的不同位向使扩展方向的角度变化,最终导致双态组织的裂纹扩展路径曲折。

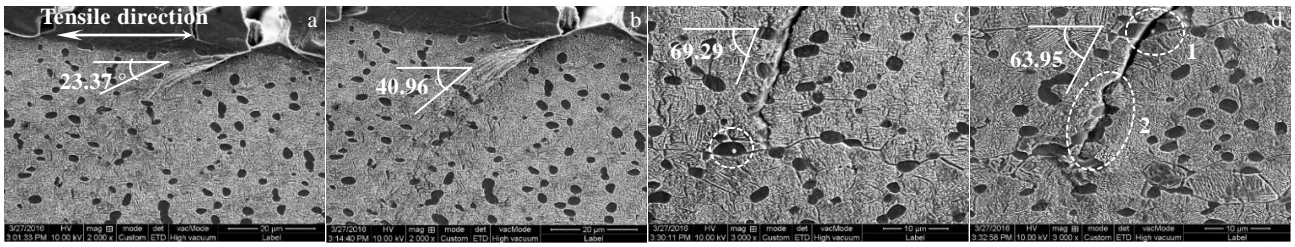


图 8 双态组织的裂纹扩展行为

Fig.8 Microcracks propagation behavior of BM: (a) a small plastic zone forms on the tip of main-crack during the earlier stage of microcrack propagation, a few slip bands and microcracks in the plastic zone; (b) the size of plastic zone increases with increasing of deformation, the number of both slip bands and microcrack grows; (c) microcracks connects with each other to form a long crack; (d) the main-crack transforms across some large size α_p phases

综上所述,显微组织特征对 Ti-55531 合金的变形和断裂行为有显著影响,不同形态的 α 相及残留 β_r 的强塑性不同,变形行为也不同,导致 2 种组织的整体变形及损伤断裂行为不同。随着等轴 α_p 、次生 α_s 和残留 β_r 的强硬度逐渐增加,越难产生塑性变形^[18]。由于相邻两相的塑性变形程度不同,导致两相界面处变形不协调,产生应力集中促进裂纹在界面处萌生,并沿界面或穿过弱相扩展。因此,片层组织的微裂纹主要萌生于 α_s/β_r 界面处,并沿 α_s/β_r 相界扩展。双态组织的微裂纹主要萌生于等轴 α_p 内及 α_p/β_{trans} 界面处,并沿 α_p/β_{trans} 界面或沿粗大 α_p 内滑移线界面穿过等轴 α_p 扩展。组织形态影响裂纹扩展方向,进而影响裂纹扩展路径的曲折度。上述研究结果与前期通过拉伸^[17]、扭转^[18]和高周疲劳方法^[19]的研究结果吻合,进一步验证了前期研究成果的正确性。

3 结 论

1) 静载下显微组织特征对合金的形变、裂纹萌生及扩展有显著影响。片层组织中粗大 α_s 相对最软,最先变形;裂纹主要萌生于 α_s/β_r 界面,并沿 α_s/β_r 相界扩展。然而双态组织中中等轴 α_p 最软且尺寸较大,位错运动自由度较大,易启动多系滑移;微裂纹主要萌生于等轴 α_p 内及 α_p/β_{trans} 界面,并沿 α_p/β_{trans} 界面和粗大 α_p 聚集处扩展。

2) 通过原位 SEM 拉伸观察进一步证实了载荷下合金中微裂纹的萌生是其显微组织内局部塑性变形不协调的结果。

参考文献 References

- [1] Jones N G, Dashwood R J, Jackson M *et al. Scripta Materialia*[J], 2009, 60(7): 571
 [2] Banerjee D, Williams J C. *Acta Materialia*[J], 2013, 61(3):

844

- [3] Jones N G, Dashwood R J, Jackson M *et al. Acta Materialia*[J], 2009, 57(13): 3830
 [4] Nag S, Zheng Y, Williams R E A *et al. Acta Materialia*[J], 2012, 60(18): 6247
 [5] Nag S, Banerjee R, Srinivasan R *et al. Acta Materialia*[J], 2009, 57(7): 2136
 [6] Dehghan-Manshadi A, Dippenaar R J. *Materials Science and Engineering: A*[J], 2011, 528(3): 1833
 [7] Zhou Wei(周伟), Ge Peng(葛鹏), Li Qian(李倩) *et al. Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2016, 45(7): 1732
 [8] Warchomicka F, Poletti C, Stockinger M. *Materials Science and Engineering A*[J], 2011, 528(28): 8277
 [9] Jones N G, Dashwood R J, Dye D *et al. Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2009, 40(8): 1944
 [10] Dikovits M, Poletti C, Warchomicka F. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2014, 45A(3): 1586
 [11] Wain N, Hao X J, Ravi G A *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2010, 527(29-30): 7673
 [12] Qin D, Lu Y, Liu Q *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2013, 561: 460
 [13] Panza-Giosa R. *Thesis for Doctorate*[D]. Hamilton: McMaster University, 2010
 [14] Huang J, Wang Z, Zhou J. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2011, 42(9): 2868
 [15] Huang J, Wang Z, Xue K. *Materials Science and Engineering A*[J], 2011, 528(29): 8723
 [16] Bettaieb M B, Lenain A, Habraken A M. *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures*[J], 2013, 36(5): 401
 [17] Huang C, Zhao Y, Xin S *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2017, 693: 582

- [18] Huang C, Zhao Y, Xin S *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 682: 202
- [19] Huang C, Zhao Y, Xin S *et al. International Journal of Fatigue* [J], 2017, 94: 30
- [20] Huang Chaowen(黄朝文), Zhao Yongqing(赵永庆), Xin Shewei(辛社伟) *et al. Rare Metal Materials and Engineering* (稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(3): 663

In-situ SEM Observation to Deformation and Fracture Behavior of Ti-55531 Alloy

Huang Chaowen¹, Tan Changsheng², Xin Shewei³, Zhao Yongqing³, Wan Mingpan¹

(1. Guizhou University, Guiyang 550025, China)

(2. Xi'an University of Technology, Xi'an 710048, China)

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

Abstract: Deformation and fracture behavior of Ti-55531 alloy with lamellar microstructure (LM) and bimodal microstructure (BM) under static loading were analyzed by the in-situ SEM tensile method. The results show that the characteristic parameters of the alpha phase have a strong influence on the deformation, crack initiation and propagation behavior of the alloy under static loading. Dislocation initiates at secondary alpha (α_s) interior under pressure, because the coarse α_s plate is softer than residual beta (β_r) lath in LM. Dislocation moves and accumulates at the α_s/β_r interphase during deformation, which induces that cracks initiate at and propagate along the α_s/β_r interphase during the process of fracture. However, beta transaction microstructure (β_{trans}) is greatly harder than equiaxed primary α (α_p) in BM; moreover, α_p with large size could support longer slip length. Both of above reasons lead to a large number of multi-direction slips initiating at α_p during deformation of BM. The intersection of slip lines in different directions promotes stress concentration at α_p inner, and some dislocations accumulate at the α_p/β_{trans} interface to produce stress concentration. These behavior result in the initiation of microcracks within α_p and the α_p/β_{trans} interface, and propagation along the weak interface of α_p/β_{trans} , or the aggregation site of α_p .

Key words: Ti-55531 alloy; deformation behavior; fracture mechanism; in-situ SEM observation

Corresponding author: Zhao Yongqing, Ph. D., Professor, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, P. R. China, Tel: 0086-29-86250729, E-mail: trc@c-nin.com