

TC4 ELI 钛合金显微组织对低周疲劳性能的影响

孙洋洋^{1,2,3}, 常 辉^{1,3}, 方志刚⁴, 王 莹², 董月成^{1,4}, 郭艳华¹, 周 廉¹

(1. 南京工业大学, 江苏 南京 210009)

(2. 海洋装备用金属材料及其应用国家重点实验室, 辽宁 鞍山 114000)

(3. 江苏先进无机功能复合材料协同创新中心, 江苏 南京 211899)

(4. 海军研究院, 北京 100000)

摘 要:通过分析 TC4 ELI 合金在不同应力幅下的应变-循环次数曲线, 研究了双态和片层 2 种典型组织的低周疲劳性能。组织观察发现: 双态组织中等轴 α 相体积分数约 26.6%, 等轴 α 相平均晶粒尺寸约 7.8 μm 。片层组织试样中, α 相的片层厚度为 0.5~2.0 μm 。低周疲劳性能结果表明: 在最大应力水平下, 不同组织的 TC4 ELI 合金均表现出显著的循环软化现象, 双态组织具有更加优异的疲劳性能, 这主要是因为双态组织中有效的滑移程远小于片层组织, 此外高位错密度等轴 α 相的存在也阻碍了疲劳裂纹的萌生和扩展。断口形貌分析发现: 双态组织试样的疲劳断口平整光滑, 而片层组织断口则出现了与原始粗大的 β 晶粒有关的几何形刻画。

关键词: 钛合金; 显微组织; 低周疲劳; 断口形貌

中图分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)05-1623-06

钛合金具有高的比强度和优异的耐海水腐蚀性, 是一种“海洋金属”, 在深海资源开发、海水淡化和舰船装备等领域具有广泛的应用背景, 可以有效的提高海洋工程装备的安全性和可靠性^[1]。然而, 由于缺乏海洋环境下服役性能数据支撑, 导致钛合金在我国海洋和船舶领域的用量很少, 仅占钛加工件年产量的 4%和 4.4%^[2]。随着海洋工程装备在未来较长时间内朝着“高(性能更高)、低(成本更低)、大(吨位更大)、深(潜深更深)、远(远洋活动更多)、长(寿命更长)”的方向发展^[3], 对钛合金材料的需求也越来越紧迫。TC4 ELI 合金由于具有良好的强韧匹配性^[4], 成为国内外深潜器等深海装备耐压壳体的主选材料^[5]。深潜器等深海装备在作业时随着上浮和下潜, 经常遭受海水的交变循环载荷作用, 导致耐压壳体材料容易发生低周疲劳损伤和破坏, 进而影响装备安全。因此, 研究 TC4 ELI 合金的低周疲劳性能, 具有重要的现实意义。黄利军等人^[6]通过研究应变控制下 Ti-1023 钛合金的低周疲劳性能, 发现材料循环软化与否及程度大小与试验条件密切相关, 其本质是由循环峰值应力分解的有效应力和内应力在位错上的共同作用; Wang 等人^[7]通过不同的应力加载方式, 研究了

Ti-6Al-4V 合金在应变控制下的低周疲劳性能, 研究发现: 在应变控制疲劳的初始阶段, 在循环拉应力作用下 Ti-6Al-4V 合金呈现循环软化特性, 而在循环压应力作用下则呈现循环硬化特性, 循环软化速率和循环硬化速率均随疲劳过程的进行而降低, 但在整体疲劳过程中, 合金的疲劳软化速率与循环应变有关, 与循环应力关系不大; 王雷等人^[8]研究了 TC4 ELI 合金网篮组织应变控制下的低周疲劳性能, 结果表明: 在特定的应变幅下, 材料的循环加载应力随着循环周次的增加而降低, 呈现出循环软化的特性。上述研究^[6-8]表明: 合金成分和组织类型的差异对钛合金的低周疲劳性能具有重要的影响。TC4 ELI 钛合金具有等轴、双态、片层、网篮多种组织结构形式^[9]。同时, 不同的相形貌、大小、比例及分布都会影响到其低周疲劳的性能^[10-12]。考虑到不同显微组织对 TC4 ELI 合金低周疲劳性能的研究目前还比较少, 本实验通过模拟使用工况, 控制不同的应力水平, 研究 TC4 ELI 合金双态(bimodal microstructure, BM)和片层(lamellar microstructure, LM)2种典型组织的低周疲劳性能, 并阐明疲劳断裂失效机理。

收稿日期: 2019-05-16

基金项目: 海洋装备用金属材料及其应用国家重点实验室开放基金 (SKLMEA-K201807); 中国博士后科学基金 (2017M623392); 江苏省研究生科研与实践创新计划项目 (KYCX17_0984); 江苏高校优势学科建设工程资助项目 (PAPD)

作者简介: 孙洋洋, 男, 1993 年生, 博士生, 南京工业大学材料科学与工程学院/新材料研究院, 江苏 南京 210009, E-mail: syys359658288@163.com

1 实 验

本实验所采用的 TC4 ELI 板材由西部金属材料股份有限公司提供, 成分含量如表 1 所示。经过差示扫描量热法测定其 β 转变点温度为 953 $^{\circ}\text{C}$ 。通过在 β 相变点以下 (940 $^{\circ}\text{C}$, 1 h, AC+550 $^{\circ}\text{C}$, 4 h, AC) 和以上 (980 $^{\circ}\text{C}$, 1 h, AC+ 550 $^{\circ}\text{C}$, 4 h, AC) 分别进行固溶时效处理, 获得本次低周疲劳实验所需要的双态和片层组织。

显微组织观察通过 AxioObserver.A1m 金相显微镜进行。 $\phi 10\text{ mm}\times 5\text{ mm}$ 试样利用电火花线切割机进行切割后, 分别通过 80, 400, 1200, 2000, 3000 目的砂纸进行打磨后抛光, 采用体积比 1:2:7 的 $\text{HF}:\text{HNO}_3:\text{H}_2\text{O}$ 金相腐蚀剂进行腐蚀, 时间为 6 s, 最后对腐蚀后的试样进行超声波震荡清洗, 去除合金表面残留的杂质。通过 Pro-imaging 金相分析软件和 Image Pro Plus (IPP) 专业图像分析软件对组织中各相的体积分数和尺寸分别进行测量。

低周疲劳实验按照国标 GB/T 3075-2008《材料疲劳实验轴向力控制方法》进行, 试样的选取方向与板材的轧制方向平行, 试样具体尺寸如图 1 所示。低周疲劳实验设备采用美国的 MTS 370 电液伺服低周疲劳试验机, 分别选取 600, 650, 700, 750 MPa 4 个应力水平进行应力控制, 应力比为-1, 加载方式为对称循环拉-压载荷, 循环波形为梯形波, 室温, 加载频率 0.1 Hz, 保载时间 2 s, 以疲劳断裂作为材料失效的判定依据。

2 结果与分析

2.1 显微组织

TC4 ELI 合金经过 940 $^{\circ}\text{C}$, 1 h, AC+550 $^{\circ}\text{C}$, 4 h, AC 和 980 $^{\circ}\text{C}$, 1 h, AC+550 $^{\circ}\text{C}$, 4 h, AC 热处理后的显微组织如图 2a 和 2b 所示。可以发现: 双态组织由等轴状

的初生 α 相和片层状的 β 转变组织组成 (图 2a)。双态组织中等轴初生 α 相的平均晶粒尺寸约为 7.8 μm , 体积分数约占 26.6% (图 2a)。另一方面, 片层组织试样呈现出明显的原始 β 晶界, 次生 α 相片层厚度为 0.5 ~ 2.0 μm (图 2b)。

2.2 应变幅-寿命曲线

钛合金低周疲劳过程中的应变幅值与循环次数变化规律曲线如图 3 所示。可以发现: 在较低的应力水平下 (600 MPa), 双态和片层组织试样低周疲劳过程中的应变幅随着循环次数的增加基本保持稳定, 呈现出循环稳定的特征。对于低应力水平的低周疲劳过程, 每个循环周次内材料以弹性变形为主, 塑性变形量很小, 疲劳实验中所需要消耗的单位能量较小, 所以导致试样破坏所需要的循环次数较多。由于疲劳实验过程中采用了梯形波, 在最高应力水平时进行 2 s 保载, 因此在拉伸和压缩的保载阶段会发生较小的蠕变变形, 文献[13-15]认为, 在较低应力状态下微小的蠕变会引起裂纹尖端的钝化, 从而能够在一定程度上对裂纹的扩展速率起到阻碍作用, 随着应力水平的逐渐提高, 蠕变的钝化机制就会发生改变, 反而会促进裂纹扩展。因此, 在 600 MP 应力幅值下, 应变幅值随循环次数的增加基本保持不变, 这种循环稳定现象可能与梯形波所带来的微小蠕变有关。

而在较高应力水平 (700 ~ 750 MPa) 下, 在疲劳的初始阶段, 应变幅随着循环周次的增加不发生任何变化, 主要是在疲劳的初始阶段是裂纹的萌生, 但是, 随着低周疲劳实验的进行, 循环次数在逐渐增加, 应变幅也随之增加, 呈现出循环软化特性。

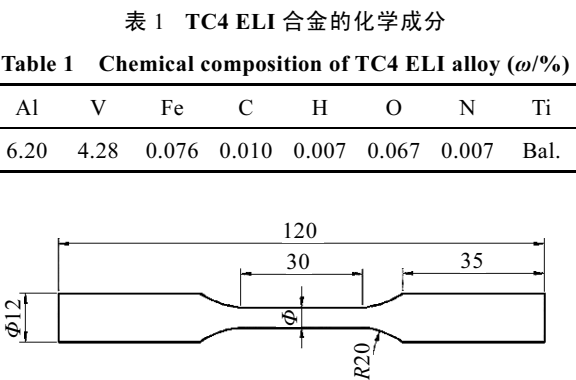


图 1 低周疲劳试样尺寸

Fig.1 Dimension of the sample for low cycle fatigue test

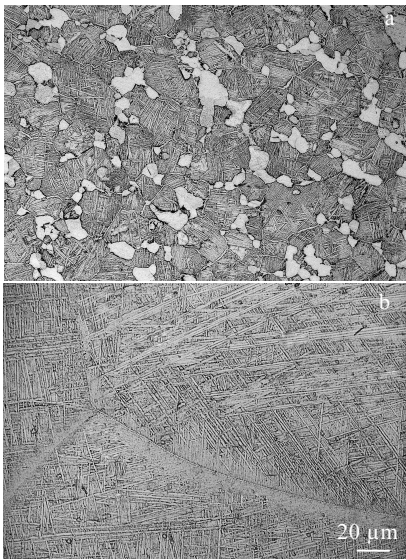


图 2 TC4 ELI 合金的双态和片层显微组织

Fig.2 Microstructure of TC4 ELI alloy: (a) BM and (b) LM

另一方面,从图3中可以发现,与双态组织有所不同的是,片层组织试样在断裂前应变幅呈现急剧上升,而双态组织的变化趋势较为平稳缓和,这种现象的产生与片层组织中保留着粗大的原始 β 晶粒有关。粗大的原始 β 晶粒的晶界处容易堆集大量的位错,造成应力集中,当微裂纹形成后,在循环载荷作用下迅速扩展,导致材料失效。

双态组织和片层组织在600~750 MPa不同应力幅值下的疲劳寿命曲线,如图4所示。可以发现:无论是双态组织还是片层组织,低周疲劳寿命都随着总应力幅值的升高而明显下降,在相同的应力幅值下,双态组织的试样表现出较长的疲劳寿命。其中,在600 MPa应力幅下,片层组织的疲劳寿命为6644次,而双态组织的疲劳寿命达到16252次,是片层组织的2倍多;在750 MPa应力幅下,片层组织的疲劳寿命为529次,而双态组织的疲劳寿命达到850次。可以发现,在高应力幅值下,疲劳寿命差距逐渐变小。

2.3 断口形貌分析

由于在750 MPa应力幅值条件下TC4 ELI合金的循环软化特性最为明显,该应力幅值条件下合金双态和片层组织试样的疲劳断口形貌如图5所示。可以发现,双态和片层组织试样的疲劳断口相似,均由裂纹源(A区域)、裂纹扩展区(B区域)和瞬断区(C区域)组成。

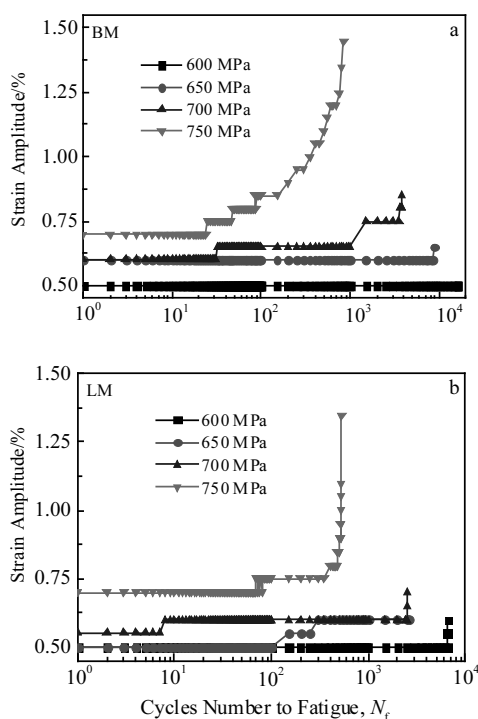


图3 双态和片层组织TC4 ELI合金的应变幅-循环次数曲线

Fig.3 Strain amplitude-cycles to fracture of BM (a) and LM (b) TC4 ELI alloy

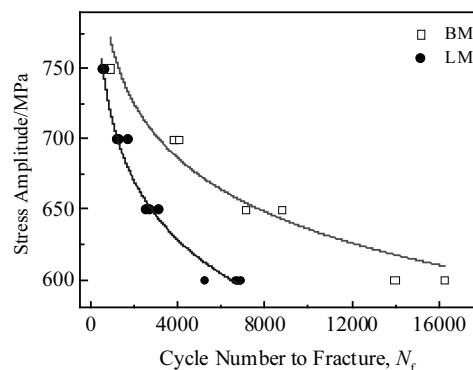


图4 TC4 ELI合金的疲劳寿命曲线

Fig.4 Fatigue life curves of TC4 ELI alloy

低周疲劳实验时,由于采用应力控制且应力幅值较大,裂纹一旦形成,就会迅速生成宏观裂纹,并加速扩展直至失效,所以裂纹源(A区域)和裂纹扩展区(B区域)在整个疲劳断面中所占的面积较小。另一方面,可以发现,相比于片层组织试样,双态组织试样的裂纹源所占的面积较大,宏观断口形貌较为平整,同时,双态组织的裂纹源区平坦清晰,在裂纹源周围,裂纹扩展是以放射状的形式向外生长。双态组织的裂纹源、扩展区和瞬断区差异明显。相比而言,片层组织的宏观断口形貌相对粗糙,试样断口上的几何刻画较大,呈树叶状或者块状,如图5b中D区域所示,这与片层组织中 β 晶粒的大小和形状有一定的对应关系。

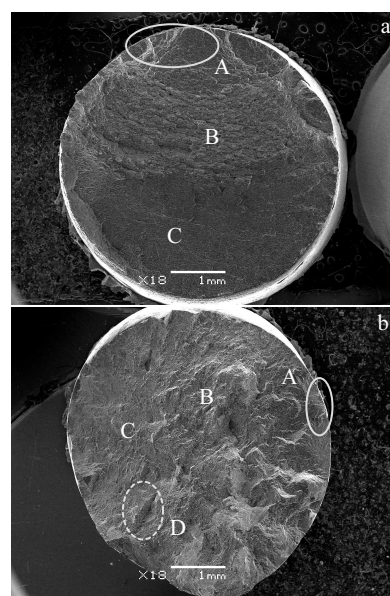


图5 750 MPa应力幅值下TC4 ELI合金的低周疲劳断口形貌

Fig.5 Morphology of the fatigue fracture surfaces of TC4 ELI alloy under 750 MPa stress: (a) BM and (b) LM

双态组织和片层组织试样的微观断口形貌如图 6 所示。对于双态和片层组织,在裂纹源周围(A 部分),初始裂纹的扩展都是以放射状的形式向外增长,当初始主裂纹在遇到与裂纹扩展方向呈近似直角的 α 集束时,由于扩展阻力较大,扩展方向沿次生 α 集束长轴方向发生偏转,当遇到下一个近似垂直于扩展方向的 α 集束时,再次发生偏转,从而在转折点容易产生二次裂纹。然而,在双态组织的扩展区中,出现了许多脆性断裂特征的解理台阶,这种解理脆性与双态组织中的转变 β 相(片层次生 α)有一定的关系。而片层组织中则是出现许多脆性平坦区域构成的撕裂棱。在瞬断区,2 种组织试样的断口都呈现出韧窝形貌,这主要是因为应力作用下,材料内部产生大量显微孔洞,孔洞随着塑性变形的发展逐渐长大,呈现出微孔聚集型断裂形貌。在同一应力水平下,双态组织在瞬断区内的韧窝要比片层组织多且深,进而说明了片层组织的塑性较差。

为了进一步解释疲劳断裂机理,沿着疲劳裂纹扩展方向的疲劳断口的截面形貌如图 7 所示。从图中可以发现,双态和片层组织试样均由穿晶和沿晶断裂形式组成。对于双态组织,由于疲劳寿命较长,循环次数较多,过程中 α 相有被拉长的迹象,裂纹沿等轴 α 相和 β 转变组织之间扩展。而片层组织则是沿着片层

α 和穿过片层 α 的形式断裂。研究表明:微裂纹的萌生阶段占据了整个低周疲劳寿命的 80%^[16,17],裂纹萌生的难易程度与位错滑移程有关,而由原始 β 晶粒控制的 α 集束尺寸决定了有效滑移程^[18]。在双态组织(图 2a)中原始 β 晶粒细小,导致有效滑移程较短,裂纹萌生所需要的临界分切应力增大^[19]。同时,双态组织的初生 α 相具有高的位错密度^[20],在裂纹的萌生阶段也可以起到重要的阻碍作用^[21],使得双态组织抗疲劳裂纹能力增强。在片层组织(图 2b)中,原始 β 晶粒粗大,在外加应力作用下,位错容易滑移,有效滑移程远大于双态组织,由于滑移的不可逆性^[22],位错容易在 β 晶界或者次生 α 相晶界处塞积,引起应力集中,因此裂纹容易在片层组织中萌生。

另一方面,在裂纹扩展阶段,相比于双态组织,片层组织中主裂纹扩展的路径更曲折^[23]。片层组织中疲劳裂纹会经过厚度不相同的 α 片层,扩展路径会发生小范围的偏折,更倾向于沿平行或垂直于 α 片层的方向扩展^[24,25]。取向不同的相邻的片层 α 集束也会增加裂纹扩展路径的曲折程度,在裂纹扩展中需要消耗的能量增加,从而增加了断裂韧性,降低了片层组织试样疲劳裂纹的扩展速率,也就是片层组织具有较强的抗裂纹扩展能力^[10]。

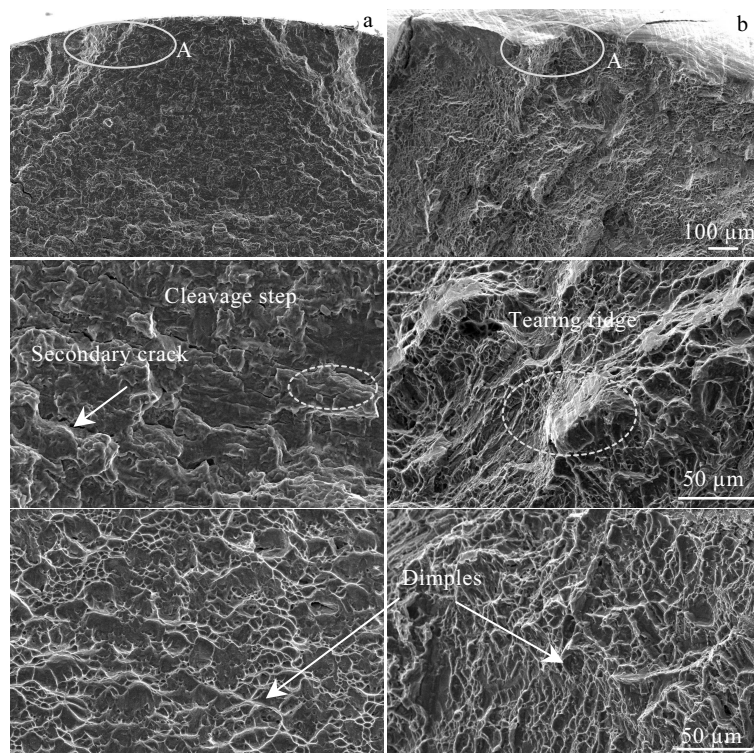


图 6 TC4 ELI 合金的低周疲劳断口微观形貌

Fig.6 Morphologies of the fatigue fracture surfaces of TC4ELI alloy: (a) BM and (b) LM

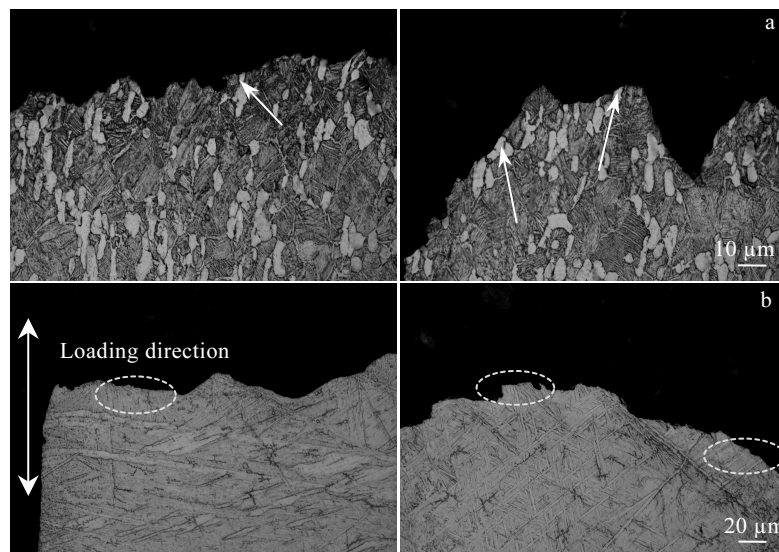


图7 疲劳断口的截面形貌

Fig.7 Morphologies of fatigue fracture section: (a) BM and (b) LM

由此可见,虽然片层组织抗裂纹扩展的能力很强,但双态组织的抗疲劳裂纹萌生的能力更强,而低周疲劳寿命主要取决于裂纹萌生阶段,所以导致 TC4 ELI 合金双态组织的疲劳性能优于片层组织,宏观上表现为双态组织试样的低周疲劳寿命高于片层试样,也就是说,在同等低周疲劳循环次数下,相比于片层组织,双态组织能够保持较高的疲劳强度。

3 结 论

1) 在较高应力水平下,双态组织和片层组织的 TC4 ELI 合金应变幅值都随着循环次数的增加而增加,呈现循环软化现象。

2) 在相同的应力条件下,相比于片层组织,双态组织表现出更好的低周疲劳性能和更高的疲劳寿命。

3) 裂纹萌生阶段在疲劳失效过程中起主导作用。双态组织中由于存在具有高位错密度的等轴初生 α 相,可以有效地阻碍裂纹源的萌生,同时,由于双态组织中 β 晶粒细小,有效滑移程远小于片层组织,因此,导致双态组织的低周疲劳性能优于片层组织。

参考文献 References

- [1] Chang Hui(常 辉). *Titanium Alloys For Marine Applications* (海洋工程钛金属材料)[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2017: 272
- [2] Jia Hong(贾 翊), Lu Fusheng(逯福生), Hao Bin(郝 斌). *Titanium Industry Progress*(钛工业进展)[J], 2018, 35(2): 1
- [3] Fang Zhigang(方志刚), Liu Bin(刘 斌), Li Guoming(李国明)

et al. Materials China(中国材料进展)[J], 2014, 33(7): 385

- [4] Li Hui(李 辉), Qu Henglei(曲恒磊), Zhao Yongqing(赵永庆) *et al. Chinese Journal of Rare Metals*(稀有金属)[J], 2005, 29(6): 841
- [5] Chen Xiaoyu(陈孝渝). *Low Cycle Fatigue of Submarine and Submersible Structures*(潜艇和潜水器结构的低周疲劳)[M]. Beijing: National Defence Industry Press, 1990: 149
- [6] Huang Lijun(黄利军), Huang Xu(黄 旭). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2006, 35(5): 703
- [7] Wang Ruifeng, Li Yutang, An Huping. *Key Engineering Materials*[J], 2012, 525-526: 441
- [8] Wang Lei(王 雷), Wang Kun(王 琨), Li Yanqing(李艳青) *et al. Titanium Industry Progress*(钛工业进展)[J], 2018, 35(2): 17
- [9] Zhao Yongqing(赵永庆), Chen Yongnan(陈永楠), Zhang Xuemin(张雪敏) *et al. Phase Transformation and Heat Treatment of Titanium Alloys*(钛合金相变及热处理)[M]. Changsha: Central South University Press, 2012: 242
- [10] Guo Ping, Zhao Yongqing, Zeng Weidong *et al. Journal of Materials Engineering & Performance*[J], 2015, 24(5): 1865
- [11] Wang Kaixuan(王凯旋), Zeng Weidong(曾卫东), Zhao Yongqing(赵永庆) *et al. Rare Metal Materials & Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2010, 39(4): 565
- [12] Feng Kangtun(冯抗屯), Sha Aixue(沙爱学), Wang Qingru(王庆如). *Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2009(5): 53

- [13] Zhu Shunpeng(朱顺鹏), Huang Hongzhong(黄洪钟), He Liping(何俐萍) *et al.* *Acta Aeronautica et Astronautica Sinica*(航空学报)[J], 2011, 32(8): 1445
- [14] Shen Zhumin(沈祝闽), Xie Jizhou(谢济洲). *Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 1995, 15(4): 54
- [15] Li Ting(李 婷), Ma Yan(马 雁). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2013, 42(5): 1075
- [16] Hong Youshi(洪友士), Fang Biao(方 彪). *Advances in Mechanics*(力学进展)[J], 1993, 23(4): 468
- [17] Hong Youshi(洪友士), Gu Ziyang(顾子晏), Fang Biao(方 彪). *Journal of Mechanical Strength*(机械强度)[J], 1995, 17(3): 88
- [18] Lutjering G. *Materials Science and Engineering A*[J], 1998, 243: 32
- [19] Kokoz B Y, Kosaka Y, Rack H J *et al.* *Journal of Materials Engineering and Performance*[J], 2005, 14(6): 773
- [20] Wu Jingzi(吴敬梓), Gu Haideng(顾海澄), Zhou Huijiu(周惠久). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 1986, 15(6): 6
- [21] Yu Teng(于 腾), Wang Lei(王 磊), Zhao Yongqing(赵永庆) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2011, 40(3): 457
- [22] Li Mingbing(李明兵), Zhu Zhishou(朱知寿), Wang Xinnan(王新南) *et al.* *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*(中国有色金属学报)[J], 2016, 26(9): 886
- [23] Wang Xinnan(王新南), Zhu Zhishou(朱知寿), Tong Lu(童路) *et al.* *Rare Metals Letters*(稀有金属快报)[J], 2008, 27(7): 12
- [24] Ma Yingjie(马英杰), Li Jinwei(李晋炜), Lei Jiafeng(雷家峰) *et al.* *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 2010, 46(9): 1086
- [25] Zhang Qingling(张庆玲), Li Xingwu(李兴无). *Journal of Materials Engineering*(材料工程)[J], 2007(7): 3

Effect of Microstructure on Low Cycle Fatigue Property of TC4 ELI Titanium Alloy

Sun Yangyang^{1,2,3}, Chang Hui^{1,3}, Fang Zhigang⁴, Wang Ying², Dong Yuecheng^{1,4}, Guo Yanhua¹, Zhou Lian¹

(1. Nanjing Tech University, Nanjing 210009, China)

(2. State Key Laboratory of Metal Material for Marine Equipment and Application, Anshan 114000, China)

(3. Center of Jiangsu Advanced Inorganic Functional Composites Co-innovation, Nanjing 211899, China)

(4. Naval Research Academy, Beijing 100000, China)

Abstract: Low cycle fatigue behavior of TC4 ELI titanium alloy with bimodal and lamellar microstructure has been investigated by analysis of strain-cycles curve with different stress amplitudes. Results indicate that the volume fraction of equiaxed α phase is ~26.6% for the bimodal microstructure, and the average grain size is approximate 7.8 μm . At the same time, the thickness of α phase layer is about 0.5~2.0 μm for lamellar microstructure. Cyclic softening phenomenon is observed for all the samples of TC4 ELI alloys with different microstructures at the maximum stress. Sample with bimodal microstructure exhibits higher low cycle fatigue life, which could be attributed to the shorter effective slip path than the one with lamellar microstructure. More than that, the presence of equiaxed α -phase with high dislocation density could also hinder the initiation and propagation of fatigue cracks for the bimodal microstructure. Fracture morphology is flat and smooth for the sample with bimodal microstructure; however, some geometric facets associated with the original coarse-grained β are found for the sample with lamellar microstructure.

Key words: titanium alloy; microstructure; low cycle fatigue; fracture morphology

Corresponding author: Dong Yuecheng, Ph. D., College of Materials Science and Engineering/Tech Institute for Advanced Materials, Nanjing Tech University, Nanjing 210009, P. R. China, E-mail: dongyuecheng@njtech.edu.cn