

β 斑对 TB6 钛合金性能及拉伸变形行为的影响

史蒲英^{1,2}, 刘向宏², 李建伟³, 王凯旋², 王涛², 吴明², 张丰收², 何卫锋¹

(1. 西安交通大学 机械工程学院, 陕西 西安 710049)

(2. 西部超导材料科技股份有限公司, 陕西 西安 710018)

(3. 陆装驻景德镇地区航空军事代表室, 江西 景德镇 333002)

摘要: 通常认为TB6钛合金中的 β 斑会降低构件的力学性能, Fe元素偏析是导致 β 斑的主要原因。利用OM、SEM、EDS、EPMA等微观表征手段, 结合对 β 斑样品拉伸过程的扫描电镜原位观察, 分析了 β 斑区域和正常区域的显微组织、化学成分和硬度差异, 研究了 β 斑对TB6合金拉伸变形行为的影响。结果表明: β 斑区域组织中的初生 α 相含量低于5%, β 晶粒尺寸最大达到 580 μm , 是正常晶粒尺寸的60倍以上; β 斑区域的维氏硬度较正常区域略高; β 斑区域中的V和Fe元素含量在宏观上无明显差异, 但微区存在波动和不均匀分布, β 斑区域的Fe元素含量离散性高于正常区域。V和Fe元素微区成分偏析是导致TB6合金后续加热和变形过程中相变温度差异的主要原因, 局部先转变的 β 晶粒由于缺少晶界 α 相的钉扎, 迅速长大。 β 斑材料在拉伸变形过程中, 裂纹起始于粗大 β 晶粒的晶界处, 晶界和晶内滑移是 β 斑组织的主要变形方式, 含 β 斑的TB6合金的断裂模式为沿晶和穿晶混合的断裂模式。

关键词: TB6 钛合金; β 斑; SEM 原位拉伸; 变形行为; 沿晶和穿晶混合断裂模式

中图分类号: TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2023)05-1925-07

TB6 钛合金是一种近 β 型钛合金, 名义成分为 Ti-10V-2Fe-3Al。该合金含有 10% 的同晶型 β 稳定元素 V 和 2% 的共析型 β 稳定元素 Fe, 以及 3% 的 α 稳定元素 Al(质量分数)。 β 稳定元素的加入, 提高了该合金的热处理强化能力, 而少量的 α 稳定元素 Al 不仅进一步强化了合金中的 α 相, 还对合金热处理过程中脆性 ω 相的析出有一定的抑制作用, 从而使该合金同时具备近 β 型钛合金和 $\alpha+\beta$ 型钛合金的优点, 拥有比强度高、塑性韧性好、淬透截面大、各向异性小、变形温度低和抗应力腐蚀能力优越等特点^[1-3], 被广泛应用于航空领域作为大型锻件制造材料^[4-6]。在国内, TB6 钛合金在直升机领域旋翼系统关键构件中获得了大量应用^[7]。

TB6 钛合金的 β 转变温度为 800 ± 15 $^{\circ}\text{C}$, 经开坯锻造和充分热变形后, 在两相区固溶(低于 β 转变温度 $30\sim 60$ $^{\circ}\text{C}$ 范围内)和时效($510\sim 560$ $^{\circ}\text{C}$ 范围内)热处理后, 平衡状态下的组织由时效 β 基体和球状或条状初生 α 相组成, 初生 α 相的含量应达到 10% 以上。初生 α 相含量少于 5%, 且在任意方向上长度超过 0.76 mm 的贫 α 或无 α 区域, 被称为 β 斑^[8]。

在 TB6 合金的制备过程中, 一方面由于大量 β

稳定元素尤其是慢共析元素 Fe 的加入, 容易在熔炼过程中来不及扩散而导致局部 Fe 元素富集, Fe 元素增加会导致该区域的 β 转变温度降低。文献显示, 钛合金中 0.5% (质量分数) 的 Fe 含量波动, 将导致 β 转变温度产生 42 $^{\circ}\text{C}$ 的变化。增加 V 元素也会降低 TB6 合金的 β 转变温度, 但由于 V 元素在 α 钛中有较大的固溶度 ($> 3\%$), 对于减少 α 相含量的影响, 不及 Fe 元素显著^[9-11]。另一方面, 材料热变形过程中的温度场和应变场分布并非完全均匀, 局部剧烈变形容易造成局部温升^[12-14], 加之微区成分差异造成的 β 转变温度差异, 导致这些区域在实际变形过程中, 温度已达到或超过 β 转变温度, 提前发生 α 相向 β 相的转变, 从而在材料内部形成“ β 斑”。可见, 锻造 TB6 钛合金中“ β 斑”的产生同时受熔炼和锻造 2 个过程影响^[9]。

本实验通过显微组织分析、成分测试等对 β 斑组织进行表征, 解释其可能产生的原因; 通过对含 β 斑试样拉伸过程的扫描电镜 (SEM) 原位观察, 揭示含 β 斑的 TB6 钛合金在拉伸过程中的变形行为, 探讨微观组织与宏观力学行为的关联程度, 研究 TB6 钛合金中的 β 斑及其对材料性能的影响。

收稿日期: 2022-07-07

基金项目: 陕西省重点研发计划 (2018ZDXM-GY-140)

作者简介: 史蒲英, 女, 1984 年生, 博士生, 高级工程师, 西安交通大学机械工程学院, 陕西 西安 710049, 电话: 029-86514504, E-mail: spy@c-wst.com

1 实验

实验材料为锻态 TB6 钛合金，化学成分如表 1 所示， β 转变温度为 800 °C。材料经 T_{β} -(30~60 °C) 两相区充分变形，并于 760 °C/2 h, WQ+ 530 °C/8 h, AC 固溶和时效热处理后，在 T_{β} -25 °C 加热并进行 β 斑检查时发现如图 1a 所示的“亮块”，该亮块区域边界模糊、长度超过 1.5 mm，初生 α 相含量低于 5%，判定为 β 斑。 β 斑区域放大后的金相组织如图 1b 所示。 β 斑区域的 SEM 组织及局部放大图如图 1c 和 1d 所示。

采用扫描电镜 (SEM) 对 β 斑区域、过渡区域和正常区域的组织进行形貌观察，采用 EDS 和 EPMA 进行成分测试，采用维氏硬度仪进行硬度测试。根据 GB/T 228.1 对 β 斑材料进行拉伸试样加工与测试，获得含 β 斑组织 TB6 合金的宏观拉伸性能数据。包含 β 斑区域按图 2a 所示加工原位拉伸试样，取样前后的块体如图 2b 和 2c 所示。原位拉伸样品用 180#、1200#、2000# 和 4000# 砂纸依次打磨后采用电解抛光使表面平整并去除表面残余应力。准备好的待测试样用等离子清洗仪去除表面积碳。随后装入原位拉伸台固定，原位拉伸台及待测样品如图 3 所示。原位拉伸过程中，弹性阶段采用应力控制模式，塑性阶段采用应变控制模式，位移速率为 5 $\mu\text{m}/\text{min}$ ，加载至特定载荷时，停止拉伸，采集 SEM 二次电子图像 (SEI) 和电子背散射衍射 (EBSD) 图像，直至整个样品发生断裂。采用

长沙理工大学金属研究所 FEI Scios 2 设备开展原位拉伸试验和 SEM 图像采集，采用 Oxford Nordlys Max3 完成 EBSD 图像采集。

2 结果及分析

2.1 不同区域的显微组织

图 4 所示为包含 β 斑区域的 SEM 组织，根据 β 晶粒大小和初生 α 相含量不同，可分为 3 个区域 (如图 4a 所示)：正常区域 (如图 4b 所示)、过渡区域 (如图 4c 所示) 和异常区域 (如图 4d 所示)。正常区域中的 β 晶粒尺寸平均值约为 8 μm ，初生 α 相含量约 10%；过渡区域中的 β 晶粒尺寸平均值约为 12 μm ，初生 α 相含量约 8%；异常区域中的 β 平均晶粒尺寸

表 1 TB6 合金化学成分

Table 1 Chemical composition of TB6 alloy ($\omega/\%$)

Element	Content(min)	Content(max)
V	9	11
Al	2.6	3.4
Fe	1.6	2.2
O	-	0.13
C	-	0.05
N	-	0.05
H	-	0.015
Y	-	0.005
Others, individual	-	0.1
Others, total	-	0.3
Ti	Bal.	Bal.

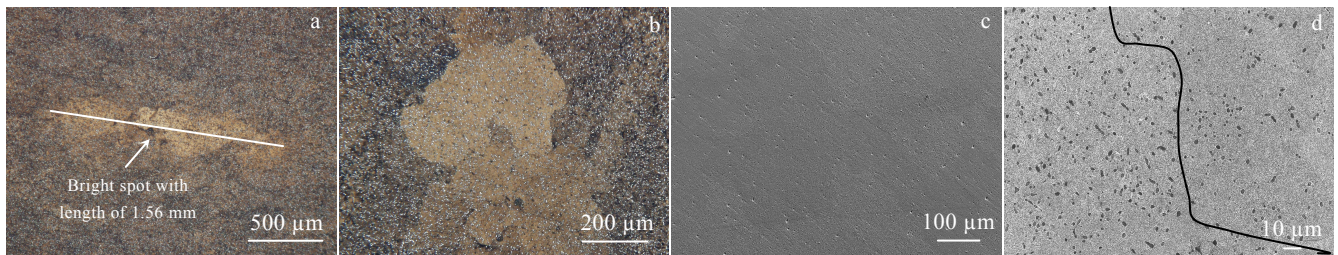


图 1 TB6 合金中的 β 斑 OM 及 SEM 照片

Fig.1 OM (a, b) and SEM (c, d) morphologies of β fleck

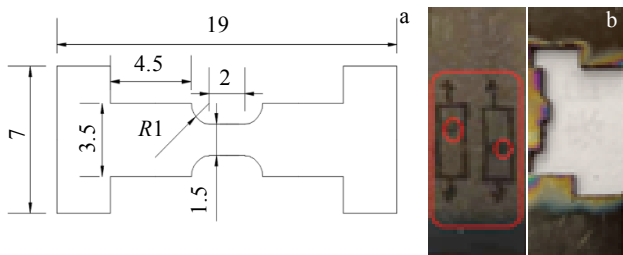


图 2 原位拉伸样品取样图及样坯

Fig.2 In situ tensile sample diagram (a) and sample billet (b)



图 3 原位拉伸装置及待测样品

Fig.3 In situ tensile device (a) and sample to be tested (b)

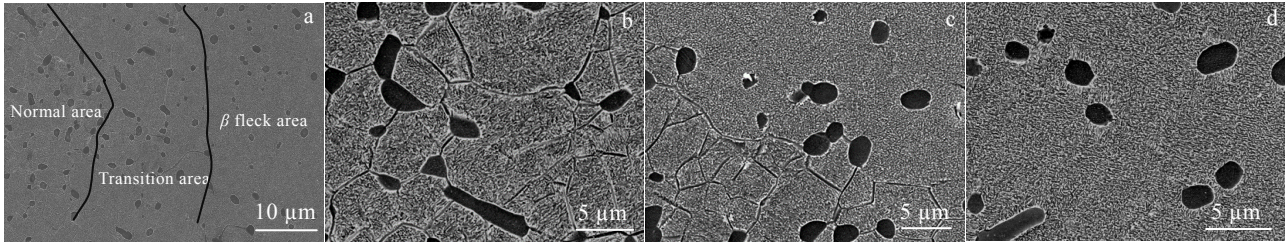


图 4 包含 β 斑区域的 SEM 显微组织

Fig.4 SEM microstructures containing the β fleck area (a): (b) normal area, (c) transition area, and (d) β fleck area

超过 150 μm，最大达到 580 μm，初生 α 相含量少于 5%。根据 GJB1538 规定，TB6 合金棒材中的 β 斑定义为 T_{β} 以下 25 °C 热处理后，在任意方向上长度大于 0.76 mm，初生 α 相少于 5% 的区域。欧洲钛技术委员会 (ETTC) 将 Ti-1023 棒材中 β 斑定义为等轴初生 α 相体积分数比周围基体低 20% 的区域。综上所述，判断该异常区域为 β 斑。

2.2 不同区域化学成分的 EDS 和 EPMA 分析

为确定 β 斑区域与正常区域的成分差异，对包含 β 斑的样品进行化学成分的 EDS 和 EPMA 分析。成分分析前对样品表面进行抛光。为确保 β 斑区域被包含在成分扫描范围之内，采用电刻笔对 β 斑位置进行标记。样品中的 β 斑位置及标记位置如图 5 所示。并按图 6 方式分别采用 EDS 和 EPMA 进行样品成分的线扫描和面扫描，得到如图 7、图 8 和图 9 所示的成分分析结果。

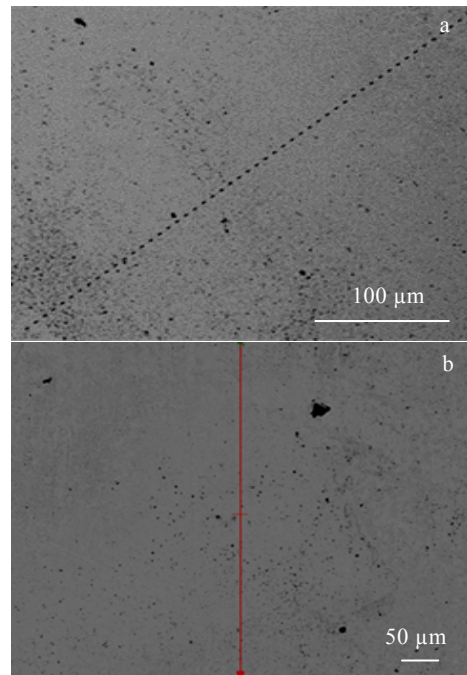


图 6 穿过 β 斑区域的 EDS 和 EPMA 线扫描位置

Fig.6 EDS (a) and EPMA (b) line scanning mark across the β fleck area

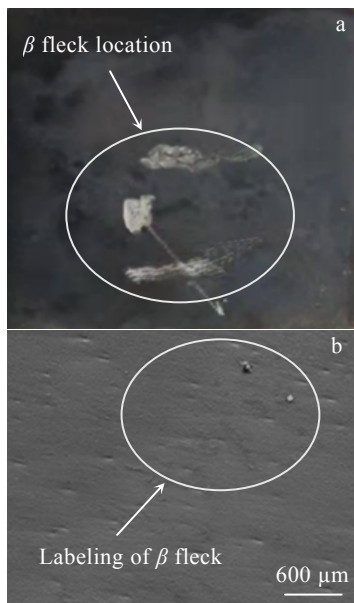


图 5 样品中的 β 斑位置和标记

Fig.5 Location (a) and labeling (b) of β fleck in sample

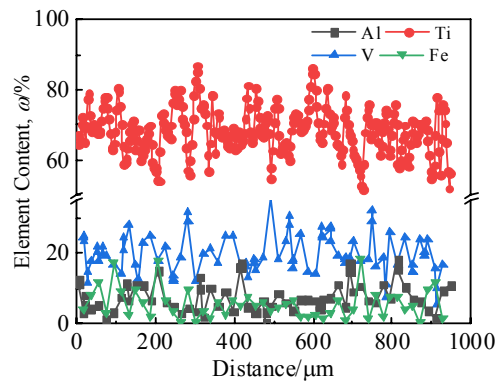


图 7 EDS 成分线扫描结果

Fig.7 Composition line scanning results by EDS

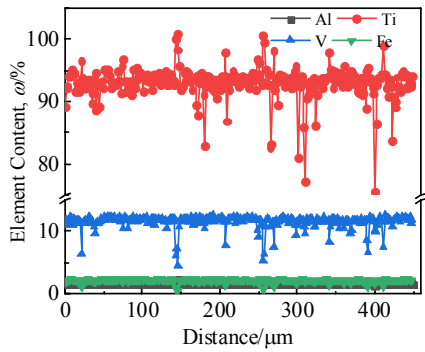


图 8 EPMA 成分线扫描结果

Fig.8 Composition line scanning results by EPMA

根据图 7 的 EDS 线扫描结果可知，穿过 β 斑区域时，包括 Ti、V、Al、Fe 在内的 TB6 合金主元素成分并未发生突变，但各元素含量在小范围内均存在一

定波动。EPMA 线扫描和面扫描结果进一步提供了含 β 斑样品的成分分布，如图 8 和图 9 所示。同样可以看出，在宏观尺度上， β 斑区域的成分与正常区域的成分没有明显差异。但在微观尺度范围内，各元素成分均存在波动。从 V 元素线扫描和 Fe 元素面扫描结果可以看出，当扫描进入 β 斑区域时，V 元素在微区内波动明显（如图 7 所示），而 Fe 元素在标记位置附近的分布较其他区域更密集（如图 9d 所示），可见 V 和 Fe 2 种 β 稳定元素皆不均匀分布于 TB6 合金中。而 β 稳定元素波动带来的局部相变温度差异，是导致该区域在后续加热和变形过程中相变早于其他区域的原因，也是造成局部 β 斑的原因。

2.3 不同区域的维氏硬度

对 β 斑区域和正常区域的维氏硬度进行了测试，如图 10 所示，硬度测试结果列于表 2。

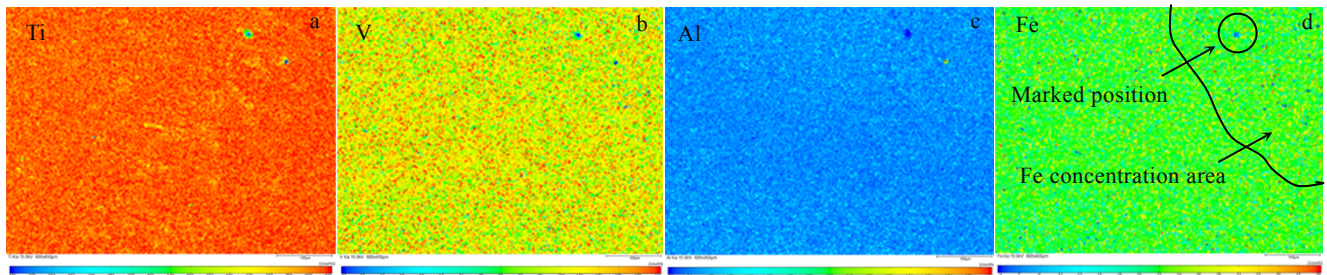


图 9 EPMA 成分面扫描结果

Fig.9 EPMA mappings of element Ti (a), V (b), Al (c), and Fe (d)

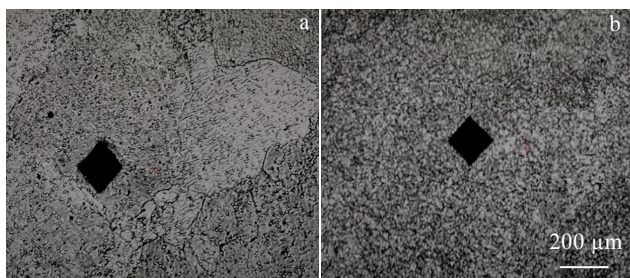


图 10 不同区域维氏硬度测试位置

Fig.10 Vickers hardness test positions for different areas: (a) β fleck area and (b) normal area

可以看出， β 斑区域 8 个点的维氏硬度平均值为 3449.6 MPa，测试值变异系数 (C.V) 为 1.3%，正常区域维氏硬度 8 点平均值为 3371.2 MPa，变异系数 (C.V) 为 0.08%。可见， β 斑区域的维氏硬度略大于正常区域，且 β 斑区域内的硬度变化较正常区域大， β 斑区域表现出更大的硬度不均匀性，而这种不均匀，在材料变形过程中，可能带来变形协调性的降低。在材料测试过程中，

表 2 不同区域维氏硬度

Table 2 Vickers hardness of different areas ($\times 9.8$ MPa)									
Point	1	2	3	4	5	6	7	8	Avg
β fleck	356	345	353	356	353	347	347	358	352
Normal area	345	343	347	349	347	342	342	340	344

外加载荷的有效传递也可能因组织和硬度的不均匀而受到影响，导致材料流动的不均匀和塑性降低。

2.4 β 斑样品的宏观拉伸性能

对比测试了同批次材料中包含 β 斑（约 $1.5 \text{ mm} \times 0.38 \text{ mm}$ ，面积约 0.57 mm^2 ）和正常组织样品的拉伸性能，结果见图 11。可以看出， β 斑样品的抗拉强度 (R_m) 较正常组织样品高 0.63%，屈服强度 ($R_{p0.2}$) 较正常组织样品高 1.77%。而 β 斑样品的延伸率 (A) 和断面收缩率 (Z) 较正常组织样品分别低 71.4% 和 15.6%。可见，在拉伸变形过程中， β 斑对 TB6 合金塑性的影响比对强度的影响更显著。 β 斑对材料和构件性能的影响还受到其形状、分布、变形过程中受力方向及其他因素影响。

2.5 β 斑样品拉伸过程的原位观察

2.5.1 原位拉伸试验的加载及裂纹萌生

对原位拉伸样品进行加载,并观察其组织变化。可以看出,当载荷低于 500 N 时,样品处于弹性阶段,此时样品表面没有出现明显变化,如图 12a~12f 所示;继续加载过屈服点后,样品表面出现大量密排分布的滑移台阶,如图 12 h 所示,说明位错滑移在拉伸过程中开动;加载至 1370 N 时,样品中出现裂纹,如图 12 j 所示,裂纹的扩展方向与拉伸方向呈近似 45° 夹角;持续加载后,样品迅速断裂。

图 13 所示为拉伸过程中样品表面的滑移带,可以看出,样品在拉伸过程中,晶粒内部和晶界附近均产生大量滑移线,说明 β 斑样品在弹、塑性变形阶段的变形方式为晶界和晶内滑移。

对裂纹尖端进行了 EBSD 表征,如图 14 所示。可以看出,裂纹尖端位于粗大 β 晶粒的晶界处,该晶界错配度较高,两侧的晶粒取向差异大,如图 14 a 所示,晶粒的相组成为转变的 β 基体,如图 14 b 所示。同时,裂纹尖端处的晶粒中有滑移带产生,如图 14 c 所示,说明该晶粒有较高的施密特因子,有助于滑移系开动。裂纹尖端处的位错密度显著高于晶粒内部,说明裂纹尖端在变形过程中承受了较大的应力,如图 14 d 所示。

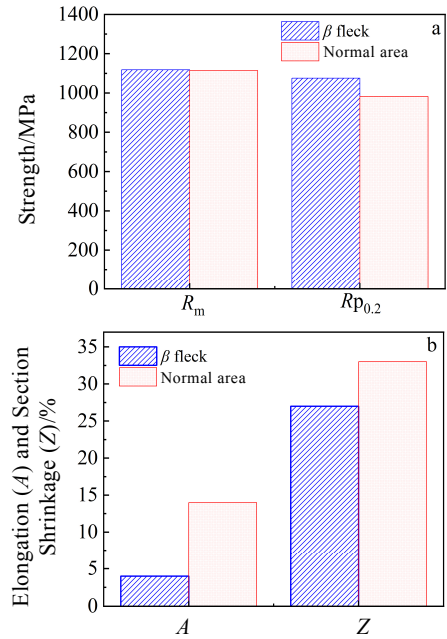


图 11 β 斑组织和正常组织拉伸性能对比
Fig.11 Comparison of tensile properties between β fleck and normal microstructure: (a) R_m , $R_{p0.2}$ and (b) A, Z

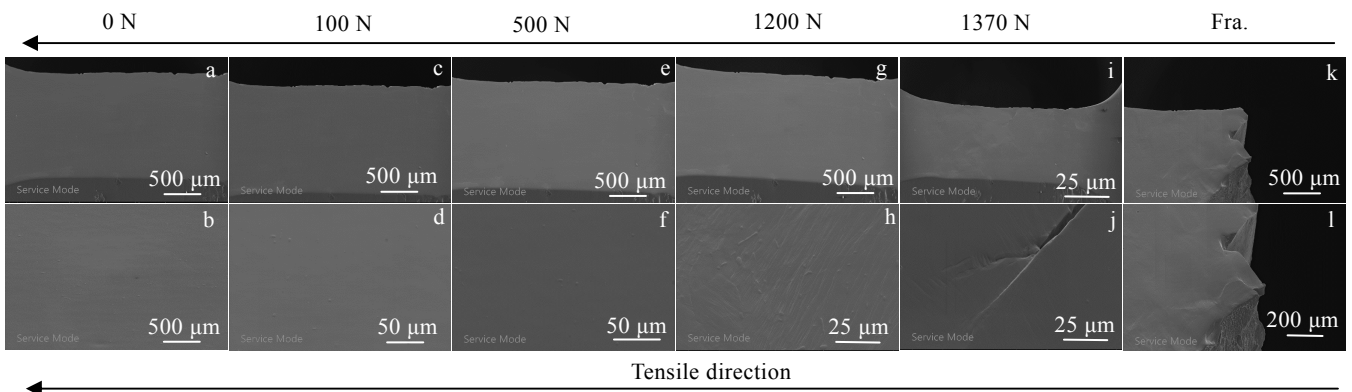


图 12 原位拉伸加载过程及样品表面形貌演变

Fig.12 In situ tensile loading process and sample surface morphology evolution: (a-b) initial, (c-d) 100 N, (e-f) 500 N, (g-h) 1200 N, (i-j) 1370 N, and (k-l) fracture

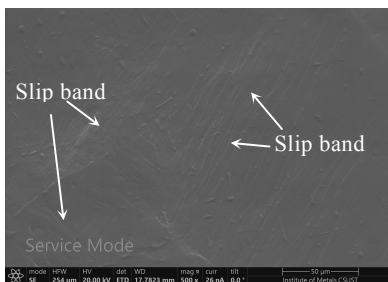


图 13 β 斑组织中的滑移带
Fig.13 Slip band in β fleck area

2.5.2 原位拉伸过程中裂纹的扩展与断裂

对裂纹附近整体微观结构进行了观察和 EBSD 表征,如图 15 所示。可以看出,裂纹萌生后,主要沿粗大晶粒的晶界扩展。当晶界发生较大偏移时,原有的裂纹扩展方向受到影响,发生穿晶断裂,如图 15 a 和 15 b 所示。图 15 c 显示了裂纹扩展过程中晶粒内的滑移带。图 15 d 显示了晶粒内外的位错密度,可以看出相比于晶粒内部,晶界处具更高的位错密度,这有利于裂纹在晶界处起源。

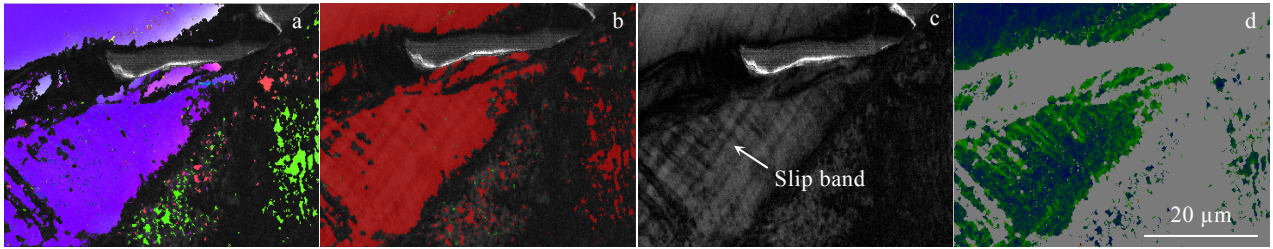


图 14 裂纹尖端微观组织结构

Fig.14 Microstructures of crack tip: (a) grain orientation distribution diagram, (b) phase distribution, (c) band contrast, and (d) GND density

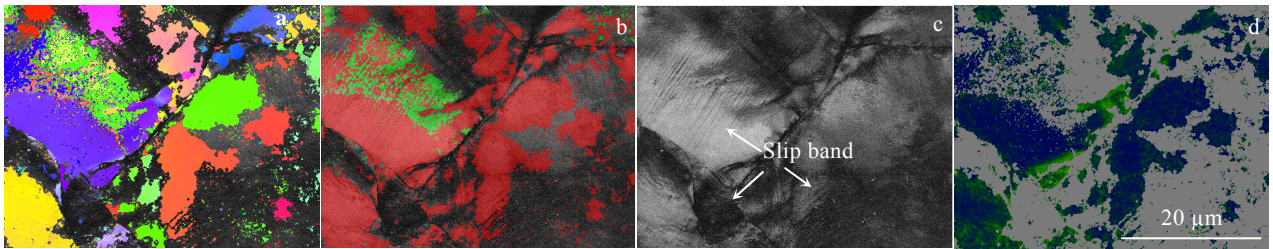


图 15 裂纹附近微观组织结构

Fig.15 Microstructures near the crack: (a) grain orientation distribution diagram, (b) phase distribution, (c) band contrast, and (d) GND density

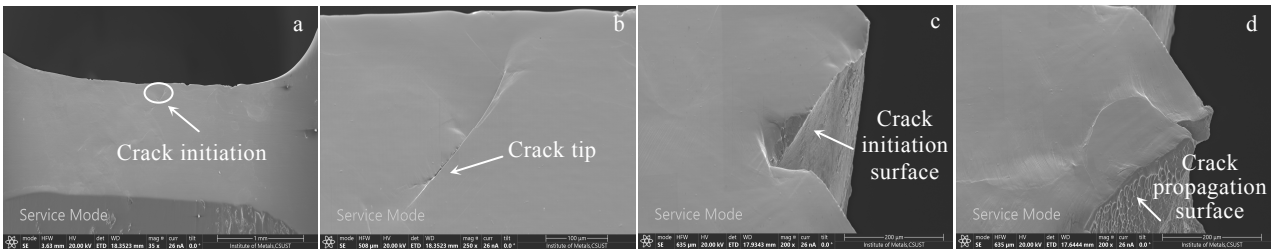


图 16 原位拉伸试样的开裂与断口

Fig.16 Cracking and fracture of in situ tensile specimen: (a) crack initiation, (b) crack tip, (c) crack initiation surface, and (d) crack propagation surface

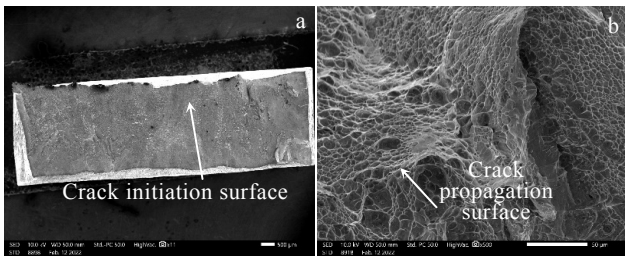


图 17 正常组织 TB6 合金拉伸断口

Fig.17 Tensile fracture of normal microstructure of TB6 alloy: (a) crack initiation surface and (b) crack propagation surface

裂纹萌生后，迅速沿晶扩展并导致样品断裂。裂纹的起裂位置、裂尖及断口形貌 SEM 照片如图 16 所示。可以看出，裂纹起裂位置位于样品平行段内，距离中轴线约 2/3 处，如图 16a 和 16b 所示。裂纹起裂位置断口平整，无韧窝，为沿晶断裂，如图 16c 所示。裂纹扩展区域断口平坦，有较浅韧窝，为沿晶和穿晶混合的断裂模式，如图 16d 所示。裂纹萌生后样品立即发生断裂，断裂前样品总体塑性变形量较小。对比正常组织 TB6 合金拉伸断口，如图 17 所示，可以发现，正常组织 TB6 合金的起裂位置较为平整，但扩展区起伏明显，断面上存在明显韧窝，为穿晶断裂，断裂前样品的延伸率达到 13%，而根据图 11b， β 斑样品的延伸率仅为 4.5%。可见， β 斑严重影响材料的塑性。

3 结 论

1) TB6 材料的 β 斑表现为初生 α 相含量低于 5%、 β 晶粒平均尺寸超过 150 μm 、 β 斑区域与周围区域组织边界模糊的“亮块”区域。 β 斑区域的维氏硬度较正常组织区域高, 硬度离散度大于正常区域。

2) EDS 和 EPMA 成分测试结果显示, β 斑区域的主元素 (Ti、Al、V、Fe) 含量在宏观上与正常区域组织无突变性差异, 但 β 斑附近的 V 元素和 Fe 元素在微区范围内存在差异, β 斑区域的 Fe 元素含量较正常区域略高。

3) 含 β 斑样品与正常样品的拉伸结果表明, 含 β 斑样品的强度较正常组织略高, β 斑样品的抗拉强度 (R_m) 和屈服强度 ($R_{p0.2}$) 较正常组织样品分别高 0.63% 和 1.77%, 但其延伸率和断面收缩率较正常组织样品分别降低 71.4% 和 15.6%, β 斑对 TB6 合金的塑性降低影响显著。

4) 对 β 斑样品拉伸过程的原位观察结果显示, β 斑样品的起裂位置为粗大 β 晶粒的晶界处, 拉伸过程的变形机制为晶界和晶内滑移, 拉伸断裂模式为沿晶断裂与穿晶断裂混合的断裂模式。

参考文献 References

- [1] Boyer R R. *JOM*[J], 1980, 32: 61
- [2] Murray J L. *Bulletin of Alloy Phase Diagrams*[J], 1981, 2(3): 320
- [3] Shixing Huang, Qinyang Zhao, Cong Wue *et al. Journal of Alloys and Compounds*[J], 2021, 876: 1
- [4] Williams J C, Boyer R R. *Metals*[J], 2020, 10(6): 705
- [5] Cotton J D, Briggs R D, Boyer R R *et al. JOM*[J], 2015, 5: 1281
- [6] Ankems, Greenec A. *Materials Science and Engineering A*[J], 1999, 263(2): 127
- [7] Zhan Lishui, Ye Junqing, Xia Chunlin *et al. Forming of the Large Main Rotor Hub*[J], 2018, 39(3): 162
- [8] GJB 1538A-2008 [S], 2008
- [9] Lu Jinwen, Zhao Yongqing, Niu Hongzhi *et al. Materials Science & Engineering, C. Materials for Biological Applications*[J], 2016, 68: 6236
- [10] Mao Chengliang(毛成亮), Zhao Bin(赵彬), Jia Weijv(贾蔚菊) *et al. Titanium Industry Progress(钛工业进展)*[J], 2019, 36(2): 42
- [11] Zheng Yufeng, Robert E A W, Soumya Nag *et al. Scripta Materialia*[J], 2016, 116: 49
- [12] Zhou Yigang(周义刚), Yu Hanqing(俞汉清), Zeng Weidong(曾卫东) *et al. Acta Metall Sin(金属学报)*[J], 1992, 28(12): 23
- [13] Karasevskaya O P, Ivasishin O M, Semiatin S L *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2003, 354: 121
- [14] Wang Jing, Zhao Yongqing, Zhou Wei *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2021, 824: 141 790

Effect of β Fleck on Properties and Tensile Deformation Behavior of TB6 Titanium Alloy

Shi Puying^{1,2}, Liu Xianghong², Li Jianwei³, Wang Kaixuan², Wang Tao², Wu Ming², Zhang Fengshou², He Weifeng¹

(1. School of Mechanical Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, China)

(2. Western Superconducting Technologies Co., Ltd, Xi'an 710018, China)

(3. Army Aviation Military Representative Office Stationed in Jingdezhen, Jingdezhen 333002, China)

Abstract: It is generally believed that the “ β fleck” in TB6 titanium alloy will reduce the mechanical properties of the component, and the main cause of the β fleck in TB6 alloy is Fe element segregation. In this research, the differences of microstructure, chemical composition and hardness between β fleck and normal area were analyzed by OM, SEM, EDS and EPMA, and the effect of β fleck on the tensile deformation behavior of TB6 alloy was studied. The results show that the content of primary α phase in β fleck is less than 5%, and the β grain size is coarse up to 580 μm , which is more than 60 times of normal grain size. The Vickers hardness of β fleck is slightly higher than that of normal area. The results of composition analysis show that there is no significant difference for V and Fe content between β fleck and normal area, but there are fluctuations and uneven distribution of Fe content within the microregions. Fe content dispersion in β fleck is higher than in normal area. The segregation of V and Fe elements in microregions is the main reason for the difference in the phase transition temperature of TB6 alloy during subsequent heating and deformation. The preconverted β grains grow rapidly due to the lack of pinning by grain boundary α phase. In the process of in situ tension, the crack starts at the grain boundary of the coarse β grain, and grain boundary and intra-crystal slip are the main deformation modes of β fleck structure. The fracture mode of TB6 alloy containing β fleck is intergranular and transgranular mixed fracture mode.

Key words: TB6 titanium alloy; β fleck; in situ SEM tensile; deformation behavior; intergranular and transgranular mixed fracture modes

Corresponding author: Shi Puying, Candidate for Ph. D., Senior Engineer, School of Mechanical Engineering, Xi'an Jiaotong University, Xi'an 710049, P. R. China, Tel: 0086-29-86514504, E-mail: spy@c-wst.com