

Ti-12Mo-6Zr-2Fe 钛合金的纳米压入特征

Nanoindentation Characteristics of
Ti-12Mo-6Zr-2Fe Titanium Alloy

黄利军, 黄 旭, 曹春晓

(北京航空材料研究院, 北京 100095)

HUANG Li-jun, HUANG Xu, CAO Chun-xiao

(Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China)

摘要: 利用纳米压入测量仪测试了 Ti-12Mo-6Zr-2Fe 钛合金的硬度和模量。测试表明, Ti-12Mo-6Zr-2Fe 钛合金的硬度比 Ti-6Al-4V ELI 高, 而模量比后者低, 与常规方法得到的规律一致, 表明该方法能很好地表征钛合金的力学特性。对测试过程的分析表明这种方法得到的结果不能与传统方法得到的结果互换, 表面状态对测量结果有一定影响。

关键词: 钛合金; Ti-12Mo-6Zr-2Fe; Ti-6Al-4V ELI; 力学性能; 纳米压入; 硬度; 弹性模量

中图分类号: TG146.23 文献标识码: A 文章编号: 1001-4381(2007)03-0031-03

Abstract: The hardness and elastic modulus of Ti-12Mo-6Zr-2Fe titanium alloy have been inspected by means of nanoindentation. It showed that the hardness of Ti-12Mo-6Zr-2Fe is higher than that of Ti-6Al-4V ELI, while the elastic modulus of Ti-12Mo-6Zr-2Fe is lower than the that of Ti-6Al-4V ELI, this results consist with the rule obtain by conventional testing method. The nanoindentation method can describe the mechanical properties of titanium alloys, but its results could not transfer to conventional tested results, and the surface status of the specimen has some kind of effect on the testing results. It is highly advantageous to evaluating the mechanical properties of titanium alloys by means of nanoindentation method.

Key words: titanium alloys; Ti-12Mo-6Zr-2Fe; Ti-6Al-4V ELI; mechanical properties; nanoindentation; hardness; modulus

近年来,随着新材料的合成和制造工艺的发展,材料或器件的特征尺寸越来越小,对于尺度在 100 μ m 量级的样品,无法进行常规的拉伸和压缩实验。随着新设备的研制和材料压入理论的发展,用刚性压头进行局部加载(Local loading method)的测试手段,例如纳米压入技术,从只能测量硬度发展到可以确定材料的屈服强度、塑性、弹性模量、塑-脆转变温度、断裂韧性、应力-应变曲线等一系列力学性能^[1-4],并在 2002 年颁布了与纳米压入测量相关的标准^[5]。

虽然纳米压入技术的发展主要是为了测量微尺度材料的性能,对宏观尺寸的材料,如金属材料力学性能的评价,也可采用该技术,尤其是测量硬度和模量。但是,该方法对宏观尺度金属材料的测试结果是否具有代表性,操作是否具有重复性,未见深入报道。如果能达到上述要求,则可省去传统力学性能测试的试样加工等冗长工序,大大缩短材料评价周期,尤其是新材料研制过程中,纽扣锭的尺寸不能满足加工常规力学性能试样的要求,而力学性能又是重要的参考指标。在

小尺寸材料上测试关键性能将给材料成分设计、工艺控制带来极大便利。

本工作用纳米压入技术对 Ti-12Mo-6Zr-2Fe 钛合金进行研究,并用 Ti-6Al-4V ELI 钛合金作对比。其中 Ti-12Mo-6Zr-2Fe 是史赛克公司开发的人工关节用钛合金,具有高强度、低弹性模量的特点^[6],Ti-6Al-4V ELI 则是传统的医用钛合金^[7]。通过对这两种合金的测试,探讨用纳米压入技术测试钛合金力学性能的可能。

1 实验过程与方法

1.1 原材料

实验用 Ti-12Mo-6Zr-2Fe 原材料为小型非自耗电弧炉中熔炼的 200g 条形铸锭,合金元素以纯 Mo、纯 Zr、纯 Fe 形式加入,为保证成分均匀,合金反复熔炼五次;Ti-12Mo-6Zr-2Fe 和 Ti-6Al-4V ELI 合金的主元

素含量见表 1。在进行测试前,合金都经过了变形,其中 Ti-12Mo-6Zr-2Fe 在相变点以上进行锻造和热处理, Ti-6Al-4V ELI 最终一火变形在两相区,然后普通退火。两种合金的显微组织如图 1 所示。

1.2 实验方法

切取片状实验镶嵌在胶木粉中,经金相砂纸打磨

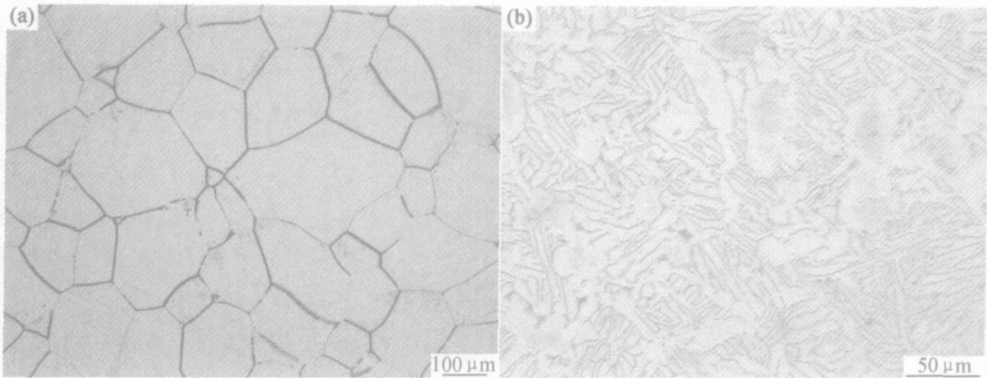


图 1 Ti-12Mo-6Zr-2Fe 和 Ti-6Al-4V ELI 合金的显微组织 (a) Ti-12Mo-6Zr-2Fe ; (b) Ti-6Al-4V ELI
Fig. 1 Microstructure of Ti-12Mo-6Zr-2Fe and Ti-6Al-4V ELI titanium alloy (a) Ti-12Mo-6Zr-2Fe ; (b) Ti-6Al-4V ELI

后抛光,在 200 倍金相显微镜下观察无划痕、蚀坑等缺陷。实验在 Nano Indenter XP 纳米压入仪上进行,控制方式为固定压入深度法,最大压入深度 2000nm,应变速率 0. 05/ s,用连续刚度法(Continuous Stiffness Measurement, CSM) 测量加载过程中的刚度变化,简谐力的频率为 45Hz。实验过程中将试样固定在纳米压入实验仪的载物台,施加载荷,仪器自动记录压入位移、时间、载荷等参量的变化,并根据标准实验方法^[5]给出材料的纳米硬度、模量等性能数据。为了保证实验的可靠性和重复性,每个试样至少测试 5 个点。

2 实验结果

2.1 硬度和模量

通过对载荷-位移的处理,得到硬度和模量结果,见表 2 和表 3。

表 2 Ti-12Mo-6Zr-2Fe 和 Ti-6Al-4V ELI 合金的纳米压入硬度/GPa

Table 2 Hardness from unload of Ti-12Mo-6Zr-2Fe and Ti-6Al-4V ELI alloy/ GPa

Designation	1	2	3	4	5	Mean
Ti-12Mo-6Zr-2Fe	5. 233	4. 678	4. 943	4. 944	5. 113	4. 982
Ti-6Al-4V ELI	3. 898	4. 253	4. 455	4. 524	4. 19	4. 264

表 1 Ti-12Mo-6Zr-2Fe 和 Ti-6Al-4V ELI 合金的化学成分(质量分数/ %)

Table 1 Chemical composition of Ti-12Mo-6Zr-2Fe and Ti-6Al-4V ELI titanium alloy (mass fraction/ %)

Designation	Al	V	Mo	Zr	Fe
Ti-12Mo-6Zr-2Fe	-	-	11. 40	5. 83	2.05
Ti-6Al-4V ELI	5. 97	4. 04	-	-	-

表 3 Ti-12Mo-6Zr-2Fe 和 Ti-6Al-4V ELI 合金的纳米压入模量/GPa

Table 3 Modulus from unload of Ti-12Mo-6Zr-2Fe and Ti-6Al-4V ELI alloy /GPa

	1	2	3	4	5	Mean
Ti-12Mo-6Zr-2Fe	128. 6	110. 8	112. 0	118. 4	127. 3	119. 4
Ti-6Al-4V ELI	135. 2	135. 7	141. 2	141. 5	141. 6	139. 0

2.2 力-位移曲线

实验过程中仪器连续记录加载和卸载过程中载荷和压入深度即位移的变化,典型曲线如图 2, 其中左边是加载过程,右边是卸载过程。其它各种性能都是通过对该曲线分析得到的。

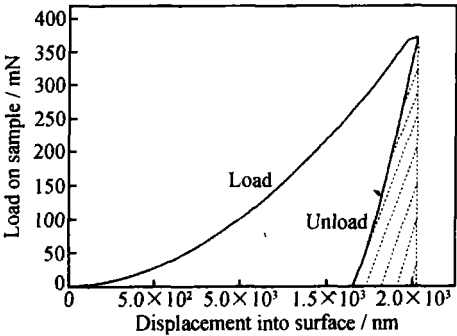


图 2 纳米压入的典型力-位移曲线

Fig. 2 Typical load-displacement curves of nanoindentation

2.3 硬度-位移曲线

用纳米压入法测得的硬度称为压入硬度(Indentation hardness)

tation hardness), 它是样品材料对接触载荷承受能力的量度(图 3), 与传统显微压入硬度含义有所区别^[8]。

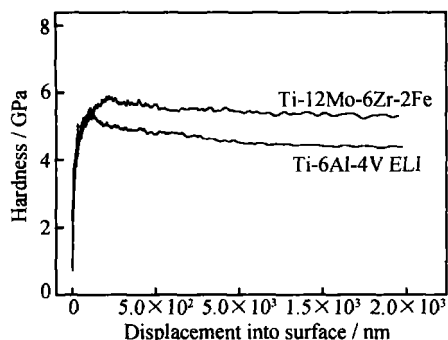


图3 Ti-12Mo-6Zr-2Fe 和 Ti-6Al-4V ELI 合金的典型压入硬度-位移曲线

Fig. 3 Typical indentation hardness-displacement of Ti-12Mo-6Zr-2Fe and Ti-6Al-4V ELI alloys

2.4 模量-位移曲线

根据弹性接触理论, 折合模量 $E_r = \frac{\sqrt{\pi} S}{2\beta \sqrt{A}}$, 其中 S

为接触刚度, A 为接触投影面积; 而 $\frac{1}{E_r} = \frac{1-\nu^2}{E} + \frac{1-\nu_i^2}{E_i}$, 其中 E, ν 分别为样品的模量和泊松比; E_i, ν_i 分别为压头的模量和泊松比。用上述公式就可计算出模量随压入深度的变化, 典型曲线如图 4 所示。

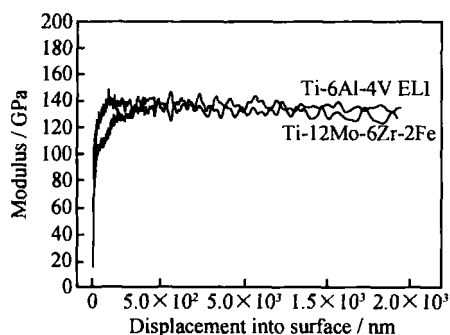


图4 Ti-12Mo-6Zr-2Fe 和 Ti-6Al-4V ELI 合金的典型压入模量-位移曲线

Fig. 4 Typical indentation modulus-displacement of Ti-12Mo-6Zr-2Fe and Ti-6Al-4V ELI alloys

3 分析讨论

3.1 硬度和模量

根据纳米压入测试原理, 纳米压入硬度定义为 $H = \frac{P_{\max}}{A}$, 其中 P_{\max} 为最大压力, A 为接触投影面积; 而传统的显微硬度定义中采用的是残余接触面积, 因此如果材料的塑性变形起主要作用, 二者结果类似, 如果

压入过程以弹性变形为主, 由于残余接触面积非常小, 会导致显微硬度无穷大, 这是不合理的。对金属材料, 只要压力适当, 总能保证塑性变形起决定作用, 所以纳米压入硬度能够反映材料的特性。

由于纳米测试技术在测试过程中对样品施加载荷的区域非常小, 如果被测样品不是单相组织, 且第二相的尺寸足够大, 测试数据会因为两相结构的差异而有很大的分散性, 但最新的测试仪器依靠原子力显微镜可以区分不同的相, 从而可以比较合金中不同相的力学性能。本工作中的两种合金测试数据分散性很小, 并且 Ti-12Mo-6Zr-2Fe 合金的硬度比 Ti-6Al-4V ELI 的高, 与常规测试方法有相同的规律。

另外, 虽然弹性模量是材料的固有性质, 但由于纳米压入法中模量的定义与传统的模量定义的不同, 其测量值之间也不能换算, 这并不影响不同材料之间的对比。本工作以 Ti-6Al-4V ELI 合金做对比, 从实验结果看, 用纳米压入法与传统测试方法得到的规律相同。

3.2 力-位移曲线

力-位移曲线记录的是施加载荷随压入深度的变化, 在载荷加载初期, 实验制备过程中残留的表面扰动层的硬化作用, 以及弹-塑性变形转变, 使载荷不能保持线性增长(图 2 左半部分)。图中曲线包围的面积代表压入的塑性功, 右边阴影部分为弹性功^[8], 因此从曲线包围面积的大小可分析不同材料塑性的高低。测试曲线上 Ti-12Mo-6Zr-2Fe 合金的包围面积明显高于 Ti-6Al-4V ELI 合金的, 这与前者的延伸率比后者高的事实一致^[9]。

3.3 硬度-位移曲线和模量-位移曲线

这两种曲线都是以力-位移曲线为基础, 根据纳米压入测试原理经过变换得到的, 不是直接测量结果, 其数值变化与力-位移曲线的变化密切相关。由于载荷加载初期的不稳定性, 导致硬度-位移曲线和模量-位移曲线在开始时很快达到最大值, 然后略有下降而保持稳定。因此, 硬度和模量的测试结果以曲线达到稳定状态为准, 测试时要保证压入深度远大于表面形变扰动层厚度, 制样时应尽量消除表面扰动层。

另外, 在压入模量计算时用到材料的泊松比 ν 为了精确计算不同材料的模量, 应当采用具体材料的泊松比 ν 。本工作处理数据时, 统一使用了中间值 $\nu = 0.3$, 这给材料对比带来一定的误差, 但结果仍然可以看出 Ti-12Mo-6Zr-2Fe 合金比 Ti-6Al-4V ELI 合金的模量低。

(下转第 37 页)

- [2] LUO A, PEKGUL ERYU ZM O. Review cast magnesium alloys for elevated temperature applications[J]. Journal of Materials Science, 1994, 29 (20): 5259- 5271.
- [3] AGHION E, BRONFIN B. Magnesium alloys development towards the 21st century[J]. Materials Science Forum, 2000, 350 - 351 (1): 19- 281.
- [4] 刘正, 张奎, 曾小勤. 镁基轻质合金理论基础及其应用[M]. 北京: 机械工业出版社, 2002. 49- 50.
- [5] YUANG Y, LIU M P, DING W J, et al. Development of a cheap creep resistant Mg-Al-Zn-Si base alloy[J]. Materials Science Forum, 2003, 419- 422: 425- 432.
- [6] MABUCHI M, KUBOTA K, HIGASHI K. Tensile strength, ductility and fracture of magnesium silicon alloys[J]. Mater Sci, 1996, 31: 1529- 1535.
- [7] LU Y Z, WANG Q D, ZENG X Q, et al. Behavior of Mg-6Al-xSi alloys during solution heat treatment at 420℃[J]. Materials Science and Engineering A, 2001, 301 (2): 255- 2581.
- [8] BRONFIN B, KATSIR M, AGHION E. Preparation and solidification features of AS21 magnesium alloy[J]. Materials Science and Engineering, 2001, A302: 46- 50.
- [9] 陈振华, 严红格, 陈吉华, 等. 镁合金[M]. 北京: 化学工业出版社, 2004. 43- 283.
- [10] 黄正华, 郭学锋, 张忠明, 等. Si 对 AZ91D 镁合金显微组织与力学性能的影响[J]. 材料工程, 2004, (2): 28- 31.
- [11] 袁广银, 刘满平, 王渠东, 等. Mg-Al-Zn-Si 合金的显微组织细化[J]. 金属学报, 2002, (10): 1105- 1108.
- [12] CHU HSU-SHEN, LIU KUO-SHUNG, YEH JIEN-WEL An

in situ composite of Al (graphite, Al₄C₃) produced by reciprocating extrusion[J]. Materials Science and Engineering, 2000, A277: 25- 32.

- [13] YEH JIEN-WEL, YUAN SHI-YING, PENG CHAO-HUNG. A reciprocating extrusion process for producing hypereutectic Al-20wt. % Si wrought alloys[J]. Materials Science and Engineering, 1998, A252: 212- 222.
- [14] 刘滕, 张伟, 吴世丁, 等. 双相合金 Mg-8Li-1Al 的等通道转角挤压, 挤压后合金的室温拉伸性能[J]. 金属学报, 2003, (8): 795- 798.
- [15] ZHANG J, FAN Z, WANG Y Q, et al. Microstructural development of Al-15wt. % Mg₂Si *in situ* composite with mischmetal addition[J]. Materials Science and Engineering, 2000, A281: 104 - 112.
- [16] 安运铮. 热处理工艺学[M]. 北京: 机械工业出版社, 1982. 52 - 61.

基金项目: 国家自然科学基金(50271054); 教育部回国留学人员重点基金; 陕西省自然科学基金(2002E110); 凝固技术国家重点实验室基金(200301)。

收稿日期: 2006-03-28; 修订日期: 2006-12-02

作者简介: 宋佩维(1964-), 男, 高级工程师, 博士生, 研究方向为高性能轻金属材料, 联系地址: 西安市金花南路 5 号 西安理工大学材料学院办公室 (710048)。

(上接第 33 页)

4 结论

(1) 纳米压入测试结果, 包括压入硬度、模量等不能与传统意义上的测量结果相互换算, 但不同材料的测试结果可以比较。

(2) Ti-12Mo-6Zr-2Fe 合金的硬度比 Ti-6Al-4V ELI 的高, 而模量则比后者低, 证明了该合金的高强低弹特性。

参考文献

- [1] 张泰华, 杨业敏. 纳米硬度技术的发展和应[J]. 力学进展, 2002, 32(3): 349- 364.
- [2] MILMAN YU V, LOJKOWSKI W, CHUGUNOVA S I, et al. Indentation technique for determination of mechanical behavior of nanomaterials(bulk and coatings) [J]. Solid State Phenomena, 2003, 94: 55- 58.
- [3] MILMAN YU V, GALANOV B A, CHUGUNOVA S I. Plasticity characteristic obtained through hardness measurement [J]. Acta Metal Mater, 1993, 41(9): 2523- 2532.
- [4] SLIPENYUK A N, MILMAN YU V, DUBS N, et al. Peculiar-

ties of the mechanical behavior of metallic glasses investigated by indenation techniques [J]. Materials Science Forum, 2003, 426- 432: 4513- 4518.

- [5] ISO 14577—2002, Metallic Materials Instrumented Indentation Test for Hardness and Materials Parameters [S].
- [6] WANG K K, GUSTAVSON L J, DUMBLETON J H. The characterization of Ti-12Mo-6Zr-2Fe A new alloy developed for surgical implants[A]. Beta Titanium Alloys in the 1990's[C]. TMS of AIME, 1993. 49- 60.
- [7] 于思荣. 生物医学钛合金的研究现状及发展趋势[J]. 材料科学与工程, 2000, 18(2): 131- 134; 56.
- [8] 张泰华. 微/纳米力学测试技术及其应用[M]. 北京: 机械工业出版社, 2005.
- [9] WANG KATHY. The use of titanium for medical applications in the USA[J]. Materials Sciences and Engineering, 1996, A213: 134- 137.

收稿日期: 2005-08-16; 修订日期: 2006-08-20

作者简介: 黄利军(1971-), 男, 在读博士生, 从事高强钛合金的研究, 联系地址: 北京 81 信箱 15 分箱(100095)