

TC11 钛合金 β 相区热变形动态再结晶过程的研究

Dynamic Recrystallization Processes During Hot Deformation of TC11 Titanium Alloy in β Field

陈慧琴^{1,2}, 曹春晓¹, 郭 灵¹, 林 海¹

(1 北京航空材料研究院, 北京 100095; 2 太原科技大学, 太原 030024)

CHEN Hui-qin^{1,2}, CAO Chun-xiao¹, GUO Ling¹, LIN Hai¹

(1 Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China;

2 Taiyuan University of Science and Technology, Taiyuan 030024, China)

摘要: 通过热压缩实验研究了锻态等轴组织的 TC11 钛合金在 1030~1090℃ 和应变速率 0.001~0.1 s⁻¹ 范围内的流变行为和组织演变。分析了该合金在实验参数范围内变形的应力-应变曲线特征。热变形过程动力学分析获得了应力指数和激活能分别为 4.05, 172.3 kJ·mol⁻¹, 表明该组织的合金在 β 区热变形主要是位错的滑移和攀移过程。组织观察和电子背散射衍射 (Electron Back Scattered Diffraction, EBSD) 测试表明, 热变形过程中组织演变以不连续动态再结晶过程进行。该过程中, 稳态变形再结晶晶粒尺寸是变形温度和应变速率的函数, 而稳态变形组织处于部分动态再结晶状态。通过分析该合金特殊的动态再结晶动力学过程, 建立了由原始晶粒尺寸修正的 Avrami 动态再结晶动力学方程。经验证, 与实验数据吻合较好。

关键词: TC11 钛合金; 热变形; 动态再结晶

中图分类号: TG146.2 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-4381(2009)05-0043-06

Abstract: The hot deformation behavior and microstructure evolution of TC11 alloy with equiaxed starting structure were studied in 1030-1090 °C and strain rate range 0.001-0.1 s⁻¹ by hot compression tests. Characteristics of stress-strain curves of the alloy deformed with the test parameters were analyzed. Kinetics analyses indicate that the stress exponent and deforming activation energy in β region are 4.05 and 172.3 kJ·mol⁻¹ respectively, which indicate that deformation would be dislocation slipping and climbing processes. Microstructure observation and EBSD testing indicate that discontinuous dynamic recrystallization occurred during hot deformation processes. Recrystallized grain size is a function of Z , a temperature compensated strain rate parameter. Based on dynamic recrystallization structure features at steady state, the modified Avrami kinetic model by prior grain size was established. By comparison, the results calculated by the model are identical to that of tests.

Key words: TC11 titanium alloy; hot deformation; dynamic recrystallization

微观组织是决定产品力学性能的重要因素, 微观组织的控制一直是产品性能优化的一个重要方面。钛合金经 β 锻或 β 热处理后, 根据冷却速度的不同, 将得到不同形态的片层组织, 如水淬得到针状马氏体、空冷和炉冷分别得到细片状和粗片状形态的 β 转变组织^[1]。这种组织具有较高的蠕变抗力、断裂韧性和抗疲劳裂纹扩展能力, 而疲劳强度和拉伸塑性较低, 原因是 β 锻或 β 热处理容易造成晶粒粗大。钛合金在 β 相区进行压下量较大的锻造, 通常获得部分动态再结晶和拉长的原始晶粒组织。Semiatin^[2] 认为这种现象可以由 Sheppard 和 Norley 提出的两相钛合金在 β 区变形的动态回复以及随后可能发生的静态再结晶来解

释。Seshacharyulu 等采用等温恒应变速率压缩实验, 研究了具有不同初始组织形态和尺寸的 T \pm 6Al-4V 的热变形行为和组织演变^[3-6], 得出了以下结论: (1) 对具有原始 β 晶粒 2~3 mm, 晶界 α 厚 5 μ m 的 T \pm 6Al-4V β 转变组织热变形行为 (0.001~0.1 s⁻¹) 的研究, 得出了实验材料在 β 区的变形机理是由扩散控制的大晶粒的超塑性变形^[3]; (2) 而对具有原始 β 晶粒 200 μ m, 晶界 α 厚 5 μ m 的 T \pm 6Al-4V β 转变组织在 β 区热变形演变组织的观察, 发现了细化的晶粒和弯曲的晶界, 并通过数据分析, 得出了变形激活能 172 kJ·mol⁻¹, 以及 β 晶粒的大小与 Z 参数之间的线性关系, 由此推断出实验材料在 β 区 ($> 1100^\circ\text{C}$, $< 0.1\text{ s}^{-1}$) 的

变形机理是由扩散控制的动态再结晶^[4]。(3) 同样对具有等轴组织的 Ti-6Al-4V 在高温 β 区变形组织演变的研究, 得出了 β 区 ($> 1050\text{ }^{\circ}\text{C}$) 变形组织演变机理是动态再结晶^[5], 并指出初始组织状态对变形机理的影响^[6]。

钛合金 β 相具有较高的层错能, 扩散性能好, 使得钛合金在高温 β 相区变形, 具有其特殊的变形行为和组织演变过程。本工作研究了锻态等轴组织 TC11 钛合金在高温 β 相区的流变行为及组织演变, 对于揭示 TC11 钛合金的高温变形机理、合理选择 β 区锻造工艺参数和优化工艺具有重要的意义。

1 实验材料及方法

1.1 实验材料

实验用 TC11 钛合金的 β 转变温度约为 $1008\text{ }^{\circ}\text{C}$, 其化学成分(质量分数/%) 如下: 6.42 Al, 3.29 Mo, 1.79 Zr, 0.23 Si, 0.025 C, 0.077 Fe, 0.096 O, 0.0044 N, 0.0034 H, 余量 Ti。初始组织如图 1 所示。热力模拟试样加工成 $\phi 8\text{ mm} \times 12\text{ mm}$ 的圆柱体, 上下端面加工有 0.2 mm 深的润滑剂凹槽。

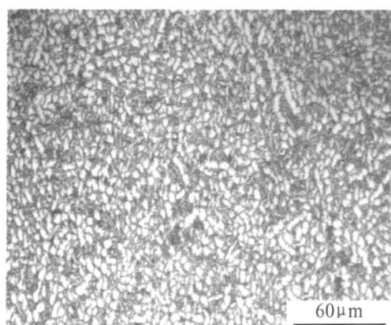


图 1 TC11 合金初始组织

Fig. 1 The starting microstructure of TC11 alloy

1.2 实验方法

热压缩实验在 Thermecmaster-Z 型热力模拟试验机上进行。实验温度为 $1030\sim 1090\text{ }^{\circ}\text{C}$, 应变速率为 $0.001\sim 0.1\text{ s}^{-1}$ 。等温恒应变速率压缩过程中, 试样上下端面的凹槽加玻璃润滑剂, 以减小试样端面与试验机压头之间的摩擦。压缩过程中, 由焊在试样侧面中部的热电偶实时测控温度, 以保证压缩变形过程中恒温的条件。试样压缩到预定的变形量后, 用氦气激冷, 以保留高温变形组织。将变形后的试样沿轴线纵剖面切开制样。所用腐蚀剂为标准的 Kroll 试剂。

2 实验结果及分析

2.1 应力-应变曲线

图 2 为 TC11 钛合金在 β 相区不同温度和应变速率条件下变形的应力-应变曲线。如图 2 所示, 实验温度下的应力-应变曲线形状相似。应变速率为 0.001 s^{-1} 时, 应力-应变曲线基本为动态回复稳态型曲线, 即应力随着应变增加到峰值后基本保持恒定, 没有明显的软化过程。应变速率为 0.01 s^{-1} 和 0.1 s^{-1} 时的应力-应变曲线呈现为动态再结晶型, 即峰值应力后, 随着应变的继续增加, 出现不同程度的软化, 应力平缓下降, 逐渐趋于稳定状态, 应力值基本保持恒定。变形温度一定, 应力随着应变速率的增大而增大, 应力峰值后的软化率随着应变速率的增加而增加, 说明应变速率不仅显著影响该合金的热变形行为, 而且影响其内

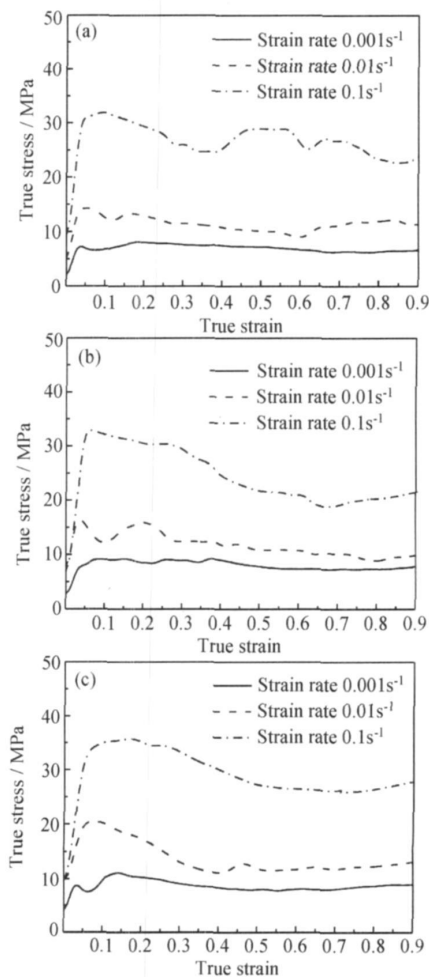


图 2 应力-应变曲线

(a) $1090\text{ }^{\circ}\text{C}$; (b) $1060\text{ }^{\circ}\text{C}$; (c) $1030\text{ }^{\circ}\text{C}$

Fig. 2 Stress-strain curves

(a) $1090\text{ }^{\circ}\text{C}$; (b) $1060\text{ }^{\circ}\text{C}$; (c) $1030\text{ }^{\circ}\text{C}$

在的组织演变过程。图 2 中部分曲线出现振荡现象,可能是变形材料内部组织演变引起的。

2 2 动力学分析

金属的高温变形是热力学参数所支配的一个热激活过程。温度和应变速率对流动应力的综合影响,通常采用受热激活控制的动力学方程来分析。

$$\dot{\epsilon} = A \sigma^n \exp \left[- \frac{Q}{RT} \right] \tag{1}$$

式中: $\dot{\epsilon}$ 为应变速率; σ 为流动应力; A 为系数; R 为气体常数; T 为绝对温度; n 为应力指数; Q 为变形激活能。变形激活能 Q 通常和激活焓 ΔH 相等,它提供了速率控制机制中原子重排难易程度的有关信息,其大小反映了合金热变形过程中位错开动、回复和再结晶进行的难易程度。利用实验所得应力-应变曲线上的峰值应力数据,根据式(1)计算得出该合金等轴组织 β

相区 1090~ 1030 $^{\circ}\text{C}$ 范围内应力指数平均值为 4.05,变形激活能为 $172.3 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$,接近于 β 相的自扩散激活能 $153 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ [3],说明该合金 β 相区的热变形主要是位错的滑移和攀移过程,且扩散对该过程有较大的影响。

2 3 热变形组织特征

图 3 为不同温度和应变速率条件下,应变 0.9 时的动态再结晶组织,可以看出,锻态等轴组织 TC11 钛合金在 β 相区稳态变形的组织特征为典型的不连续动态再结晶组织,即沿变形方向拉长的原始 β 晶粒晶界布满了均匀细小的动态再结晶晶粒。而且,动态再结晶晶粒尺寸随着变形温度的降低而减小(图 3a, b, c),随着应变速率的降低而增大(图 3c, d)。尽管图 3 中组织对应的应变值已很大,变形已达到稳态,但是组织仍然属于部分动态再结晶组织,即沿拉长的原始 β 晶

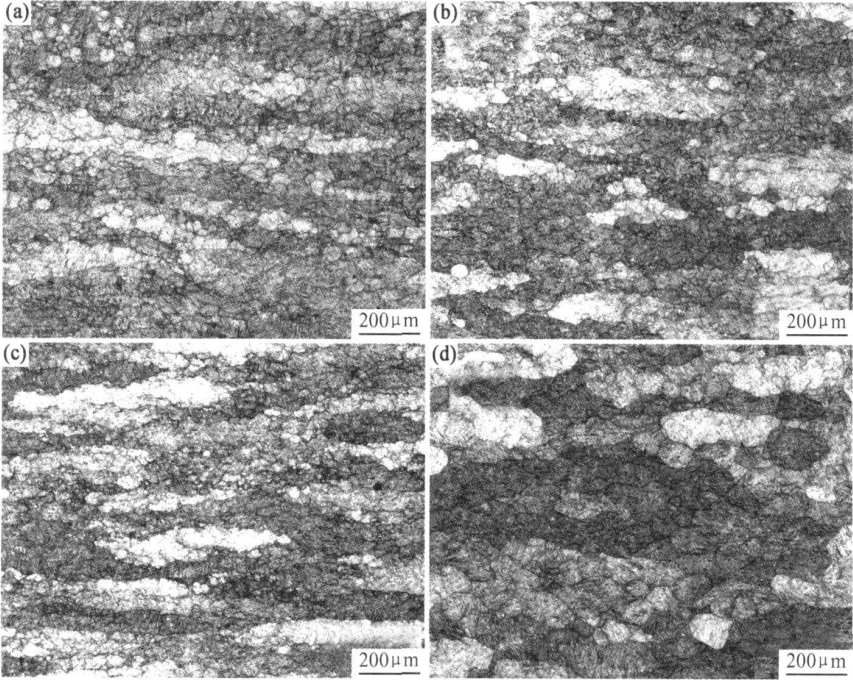


图 3 应变 0.9 时的动态再结晶组织

(a) 1090 $^{\circ}\text{C}$, 0.1 s^{-1} ; (b) 1060 $^{\circ}\text{C}$, 0.1 s^{-1} ; (c) 1030 $^{\circ}\text{C}$, 0.1 s^{-1} ; (d) 1030 $^{\circ}\text{C}$, 0.01 s^{-1}

Fig. 3 Dynamic recrystallized microstructures at strain 0.9

(a) 1090 $^{\circ}\text{C}$, 0.1 s^{-1} ; (b) 1060 $^{\circ}\text{C}$, 0.1 s^{-1} ; (c) 1030 $^{\circ}\text{C}$, 0.1 s^{-1} ; (d) 1030 $^{\circ}\text{C}$, 0.01 s^{-1}

粒晶界只有约一层再结晶新 β 晶粒。这与具有较低层错能的奥氏体钢的动态再结晶过程不同。对于具有较低层错能的奥氏体钢,其动态再结晶过程发生的临界应变值略低于峰值应变值;当变形达到稳态时,动态再结晶过程基本结束,相应的组织为完全动态再结晶组织 [7]。钛合金 β 相具有较高的层错能,扩散性好。由公式(1)计算得到的变形激活能值远低于低层错能金属动

态再结晶的变形激活能(300~ 400 $\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$) [7],而接近于钛合金 β 相的自扩散激活能 $153 \text{ kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$ [3],说明 β 相区的热变形动态再结晶过程受扩散的影响较大,进而促进了动态回复过程的进行,延缓了动态再结晶的进程,从而出现了上述稳态变形组织特征。

2 4 动态再结晶应力软化过程中的组织演变

如图 3 中动态再结晶典型组织所示,由于晶粒中

心部位的变形总是小于晶粒边界, 所以, 只在沿变形方向拉长的原始晶界上布满“项链状”细小的再结晶晶粒。图 4 为这种组织状态的演变过程, 当变形应力接近峰值应力时, 由于这时的应变较小(0.1), 虽然原始晶粒无明显变化, 基本保持等轴状, 但在原始晶界有发展不完善的细小的再结晶晶粒出现; 随着变形的增大, 应变达到 0.35 时, 原始晶粒明显沿变形方向拉长,

动态再结晶晶粒优先出现在变形晶粒的交叉点和晶界上。当变形达到稳态, 即应变 0.7 时, 原始晶粒沿变形方向拉长的程度较大, 晶界上细小的新晶粒更加明显, 数量也有所增加。可以看出, 变形达到稳态时, 再结晶分数较小, 沿变形拉长的原始晶界约有一层再结晶晶粒, 组织并没有完成全部动态再结晶过程, 而处于部分动态再结晶过程。

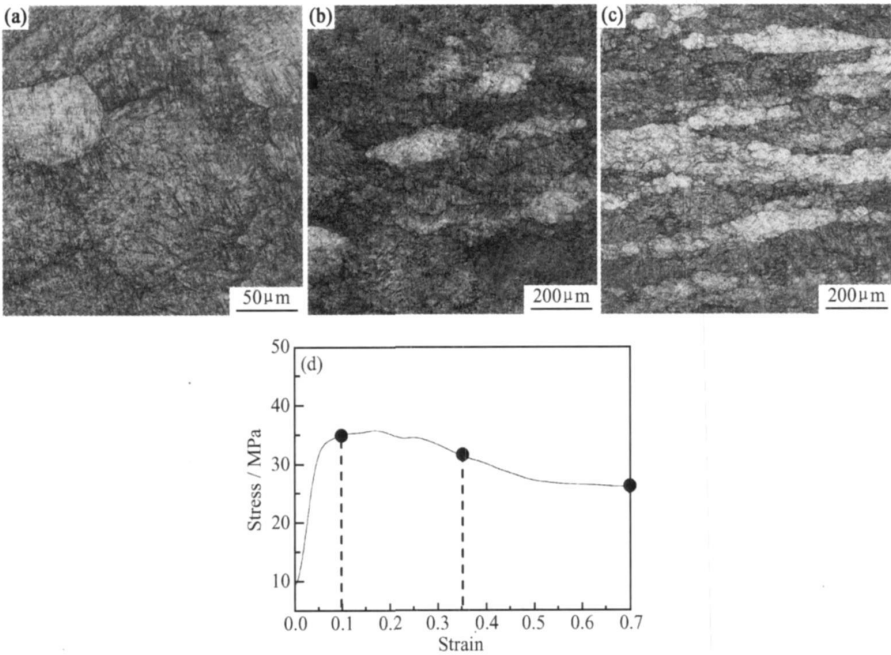


图 4 1030 °C, 0.1 s⁻¹ 条件下的流变应力曲线和组织
(a) 应变 0.1; (b) 应变 0.35; (c) 应变 0.7; (d) 流变应力曲线
Fig. 4 Flow stress curve and microstructure at 1030 °C, 0.1 s⁻¹
(a) strain 0.1; (b) strain 0.35; (c) strain 0.7; (d) flow stress curve

为了研究这种组织演变方式的机理, 对图 4b, c 组织进行了EBSD 测试, 获得了相应组织状态β相晶

界取向差分布(图 5)。可以看出, 应变为 0.35 和 0.7 的β相晶界取向差分布特征相似, 小角度和大角度晶

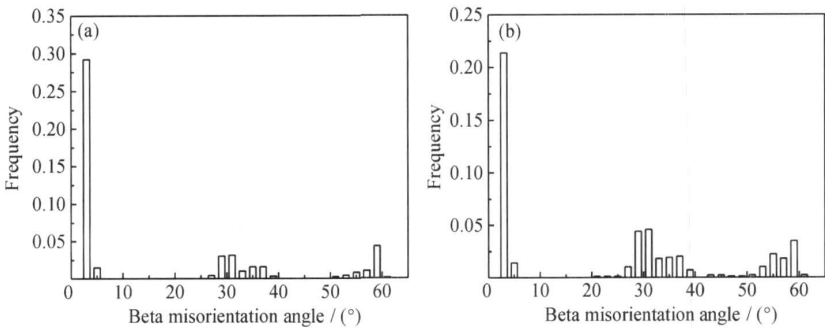


图 5 1030 °C, 0.1 s⁻¹ 条件下变形组织的晶界取向差分布
(a) 应变 0.35; (b) 应变 0.7
Fig. 5 Grain boundary misorientation distribution at 1030 °C, 0.1 s⁻¹
(a) strain 0.35; (b) strain 0.7

界取向差分布呈不连续分布,说明这种组织演变的机理为不连续动态再结晶。而且随着应变的增加,小角度晶界所占比例降低,大角度晶界所占比例增加。

2 5 动态再结晶晶粒尺寸演变规律

图 6 为不同热变形参数条件下动态再结晶晶粒尺寸的定量测试结果。可见,与图 3 所观察到再结晶晶

粒尺寸的演变规律一致,且应变速率对再结晶晶粒尺寸的影响程度较大,随着应变速率的加快,再结晶晶粒尺寸显著减小(图 6a);而温度对再结晶晶粒的影响程度较小,随着温度的升高,再结晶晶粒尺寸缓慢增大(图 6b)。

热变形温度和应变速率的综合影响可以用温度补

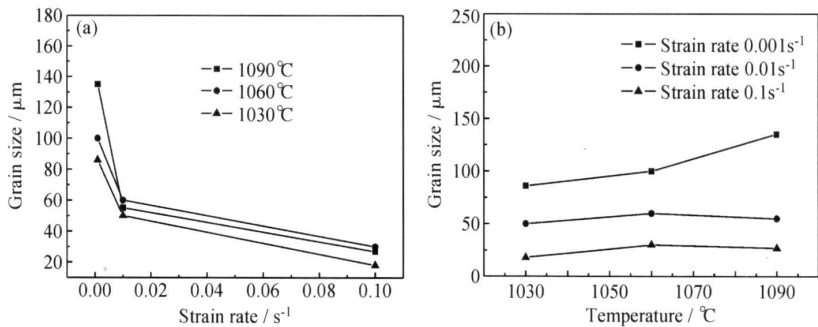


图 6 应变速率 (a) 和温度 (b) 对再结晶晶粒尺寸的影响
Fig. 6 Influence of strain rate (a) and temperature (b) on recrystallized grain size

偿应变速率参数 Z ($Z = \exp(Q/RT)$) 表示。图 7 为 Z 参数表示的再结晶晶粒尺寸演变规律。可以看出,再结晶晶粒尺寸随着 Z 参数的增大而减小,再结晶晶粒尺寸与 Z 参数的对数基本成线性关系。该结论与低层错能奥氏体钢动态再结晶晶粒尺寸演变规律一致。数据拟合得出再结晶晶粒尺寸 d 与 Z 参数的关系为

$$d = 1990.02Z^{-0.334} \tag{2}$$

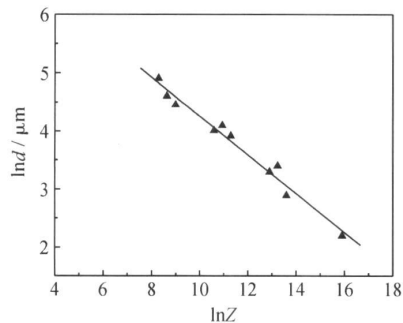


图 7 动态再结晶晶粒尺寸与 Z 参数的关系
Fig. 7 Relationship between dynamic recrystallized grain size and Z parameter

2 6 动态再结晶晶粒细化动力学过程

由以上组织演变特征可知,钛合金中β相具有较高的层错能,扩散性能好,使其具有特殊的动态再结晶动力学过程,即热变形应力达到稳态时,动态再结晶分数较小,原始晶界上只有约一层细小的再结晶新晶粒,并没有达到完全动态再结晶状态。文献[8]也说明了钛合金在单相β区变形动态再结晶组织的上述特征,

并提出了β相区晶粒尺寸的控制方法,即在适当的热力参数条件下,获得分布在沿变形拉长的原始β晶粒晶界分布的再结晶晶粒组织后,再通过选择适当的退火时间,使沿原始β晶粒晶界分布的再结晶晶粒长大,直到新晶粒长大到恰好接触为止,以达到细化和均匀化β晶粒的目的。

TC11 合金β相区动态再结晶的上述特点,使得其动态再结晶动力学模型的建立不能像低层错能奥氏体钢的动力学模型一样,通过热变形的应力-应变曲线来确定和建立。通过研究该合金部分动态再结晶细化晶粒分布的特点,本工作尝试建立采用再结晶晶粒尺寸(d)、原始β晶粒尺寸(D_0)以及应变(ε)修正的Avrami动态再结晶动力学模型。首先假设变形达到稳态时,即完成动态再结晶过程,建立相应的Avrami再结晶动力学模型;然后根据达到稳态时新的再结晶晶粒以单层布满原始晶界的特点,提出修正达到稳态前,以及继续变形过程中,原始晶界不断增大,新晶粒也逐渐增多的动力学模型。因此,该模型仅适用于原始β晶粒尺寸远远大于再结晶晶粒($D_0 > 2d$)的晶粒细化过程。对于原始晶粒和再结晶晶粒尺寸相当($d \leq D_0 < 2d$)情况,将直接通过原晶界对变形回复组织中亚晶的钉扎作用实现细化;而若原始晶粒尺寸小于再结晶晶粒尺寸时,则原始β晶粒将会粗化。

假设原始晶粒尺寸为 D_0 的球体,体积为 V_0 。经过 ε 应变的压缩后,变形达到稳态,晶粒变形成为直径为 D ,高为 h 的饼状,若忽略变形过程中晶粒的长大,

则

$$h = D_0 \exp(\epsilon) \quad (3)$$

$$D = \sqrt{\frac{2}{3}} D_0 \exp\left(-\frac{1}{2}\epsilon\right) \quad (4)$$

若这时新晶粒以晶粒尺寸 d 布满原始晶界, 则此时的动态再结晶分数应该约为

$$X_s = (V_0 - \frac{\pi}{4}(D-d)^2(h-d))/V_0 \quad (5)$$

随着应变的进一步增大, 原始晶粒的表面逐渐增大, 再结晶分数不断增加。但是, 当原始晶粒被压扁到和再结晶晶粒相当的尺寸时, 原始晶粒的未再结晶部分将通过晶界对变形回复组织中亚晶的钉扎作用实现细化, 再结晶分数将达到稳定值。据此, 可以推算出达到完全动态再结晶的应变, 也即公式(5)使用的应变极限值 ϵ_{im} 。

$$\epsilon_{im} = \ln(2d/D_0) \quad (D_0 > 2d) \quad (6)$$

所以, 可以建立修正的 Avrami 动态再结晶动力学模型为

$$X = X_s \times \{1 - \exp[B(\epsilon - \epsilon_p)^n]\} \quad (\epsilon_p < \epsilon < \epsilon_{im}) \quad (7)$$

式中: X 为动态再结晶分数; X_s 为原始晶粒对再结晶分数的修正项; B 为材料常数; n 为再结晶应变指数; ϵ_p 为峰值应变。

以该合金在 β 相区 1090 °C ($D_0 = 180\mu\text{m}$), 1060 °C ($D_0 = 140\mu\text{m}$), 1030 °C ($D_0 = 110\mu\text{m}$), 0.1s^{-1} 条件下变形的动态再结晶组织(图 3a, b, c) 为例, 再结晶晶粒尺寸根据公式(2) 计算。 B 和 n 根据应力-应变曲线计算出分别为 -7.098 和 2.2。根据式(7) 计算出相应温度和应变速率条件下, 变形到应变 0.9 的动态再结晶分数分别为 51.86%, 57.15% 和 62.06%。经测定相应条件下热力模拟实验件组织的动态再结晶分数分别为 45.14%, 56.96%, 67.71%。对比可知, 采用式(7) 计算出的再结晶分数与实验组织测试值基本吻合。

3 结论

(1) 锻态等轴组织的 TC11 合金在 β 相区热变形的应力-应变曲线表明, 应变速率不仅显著影响热变形应力, 而且显著影响热变形行为和组织演变过程, 从而使其具有不同类型的流变曲线特征。

(2) 锻态等轴组织的 TC11 合金高温 β 相区热变形动力学分析, 获得了 β 相区变形的应力指数为 4.05, 变形激活能为 $172.3\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$, 接近于 β 钛合金的自扩散激活能 $153\text{kJ} \cdot \text{mol}^{-1}$, 说明热变形主要是位错的滑移和攀移过程, 且扩散对该过程的影响较大。

(3) 锻态等轴组织的 TC11 合金 β 相区热变形动态再结晶晶粒尺寸取决于变形温度和应变速率, 即再结晶晶粒尺寸和 Z 参数的双对数基本成线性关系。

(4) 钛合金中 β 相具有较高的层错能, 扩散性能好, 使其具有特殊的动态再结晶动力学过程。锻态等轴组织的 TC11 合金在 β 相区热变形达到稳态时, 并没有达到完全动态再结晶状态, 动态再结晶分数较小, 只在原始晶界上布满约一层细小的再结晶新晶粒。采用本工作建立的由原始晶粒尺寸修正的 Avrami 动态再结晶动力学模型, 可以较好地反映该合金热变形的动态再结晶动力学过程。

参考文献

- [1] 曾卫东, 周义刚. 冷速对 TC11 合金 β 加工显微组织和力学性能的影响[J]. 金属学报, 2002, 38(12): 1273-1276.
- [2] SEMIATIN S L, SEELHARAMAN V, WEISS I. Hot working of titanium alloys-an overview [A]. WEISS I, ed. Advances in the Science and Technology of Titanium Alloy Processing [C]. New York: The Minerals, Metals & Materials Society, 1997. 3-37.
- [3] SESHACHARYULU T, MEDEIROS S C, MORGAN J T, et al. Hot deformation mechanism in ELI grade Ti-6Al-4V [J]. Scripta Materialia, 1999, 41 (3): 283-288.
- [4] SESHACHARYULU T, MEDEIROS S C, FRAZIER W G, et al. Microstructural mechanism during hot working of commercial grade Ti-6Al-4V with lamellar starting structure [J]. Materials Science and Engineering, 2002, A325: 112-125.
- [5] SESHACHARYULU T, MEDEIROS S C, FRAZIER W G. Hot working of commercial Ti-6Al-4V with an equiaxed α - β microstructure: materials modeling consideration [J]. Materials Science and Engineering, 2000, A284: 184-194.
- [6] PRASAD Y V R K, SESHACHARYULU T, MEDEIROS S C, et al. Effect of preform microstructure on the hot working mechanism in ELI grade Ti-6Al-4V: transformed β vs equiaxed (α + β) [J]. Materials Science and Technology, 2000, 16 (5): 511-516.
- [7] MCQUEEN H J. Development of dynamic recrystallization theory [J]. Materials Science and Engineering, 2004, A387-389: 203-208.
- [8] BRUN M, ANOSHKIN N, SHAKHANOVA G. Physical processes and regimes of thermomechanical processing controlling development of regulated structure in the α + β titanium alloys [J]. Materials Science and Engineering, 1998, A243: 77-81.

收稿日期: 2007-12-19; 修订日期: 2009-03-09

作者简介: 陈慧琴(1968—), 女, 博士, 教授, 材料加工工程专业. 联系地址: 山西省太原市万柏林区窰流路 66 号, 太原科技大学材料科学与工程学院 237# 信箱(030024), E-mail: chqpxty@yahoo.com.cn