



β -ZrTiAlV 合金炉冷过程中的组织演变

李飞涛¹, 栾佰峰¹, 廖仲尼¹, 张新宇², 刘日平², 刘庆¹

(1. 重庆大学 材料与科学学院 教育部轻合金材料国际联合实验室, 重庆 400044;

2. 燕山大学 亚稳材料制备技术与科学国家重点实验室, 秦皇岛 066004)

摘要:结合 EBSD 和 XRD, 系统地研究了 β -51.1Zr40.2Ti4.5Al4.2V 合金在炉冷过程中 3 种 α 相(α_{GB} 、 α_{WGB} 和 α_{WI}) 的形核机制以及 α 含量对合金性能的影响。结果表明: 炉冷过程中, 在原 β 界面处具有 $\{0001\}$ 面平行于相邻 β 晶粒共有 $\{110\}$ 面取向特征的 α 相(α_{GB}) 会优先形核; α_{WGB} 主要以界面不稳定形核为主, 通过继承 α_{GB} 的取向并向原 β 晶内生长, 从而在晶界附近形成平行板条区; 为了协调相变过程中产生的形状应变, α_{WI} 通过自协作机制产生三变体团簇, 且形成三变体团簇的变体之间相互满足 $60^\circ/\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 取向关系; 随着炉冷后保温温度的降低, α 相的相对含量增加, 合金的硬度增大, 且硬度和 α 相的相对含量存在一定的线性关系。

关键词:取向关系; 形核机制; 自协作机制; EBSD

文章编号: 1004-0609(2020)-02-0273-10

中图分类号: TG146.4

文献标志码: A

锆合金由于具有良好的抗腐蚀性和加工性以及低的热中子吸收截面, 通常被大量应用于核反应堆包壳材料^[1-2]。近年来由于我国航天事业的飞速发展, 现有的材料已经不能满足空间活动构件的性能要求。为此, 开发性能更加优异的新材料成为各国科研工作者努力的方向。合金化是优化合金性能的一个重要方法, 金属锆不但具有优良的抗辐照性能, 而且还显示出适用于空间活动构件材料的巨大潜力。传统的锆合金强度较低, 难以达到结构材料的使用性能要求^[3]。近年来, LIU 等^[4-7]开发出一系列的 ZrTiAlV 合金, 经过轧制变形及后续的时效热处理, 合金强度最高可达 1500 MPa, 同时还保留 7% 左右的塑性。相应的热稳定测试结果表明, 在空间飞行器服役的温度范围内该合金具有稳定的力学性能, 因此, ZrTiAlV 合金在空天结构件方面具有非常广阔的应用前景。

锆合金在热处理过程中一般会发生同素异构转变, 例如在降温过程中, 会从高温 BCC 结构的 β 相转变为低温 HCP 结构的 α 相。在转变过程中 α 相和 β 相满足 Burgers 关系^[8], 即 $\{0001\}_\alpha // \{110\}_\beta$ 以及 $\langle 11\bar{2}0 \rangle_\alpha // \langle 111 \rangle_\beta$ 。 $\beta \rightarrow \alpha$ 转变是锆合金中最基本的相变, 通过该相变可以形成 3 种 α 相^[9], 即 α_{GB} (沿着原

β 晶界产生的 α 层)、 α_{WGB} (在 α_{GB} 和 β 界面形核并朝着 β 晶粒内部生长的板条) 以及 α_{WI} (在 β 晶粒内部形核并长大的板条)。已有的研究表明 α 相的形貌、尺寸和分布会极大地影响合金的性能^[10]。因此, 研究 α 相在 β 基体中的析出及长大规律对于调控合金的性能具有很重要的理论和实际意义。

关于 $\beta \rightarrow \alpha$ 相变已有大量的研究, 但关于 3 种 α 的形核特征研究还不够系统。BOHEMEN 等^[11]的研究结果表明 α_{GB} 的形核与母相 β 晶界的取向差有关, α_{GB} 的数量随着 β - β 晶界取向差的增大而增加, 且 α_{GB} 的取向受相邻 β 晶粒取向的影响, 当相邻两 β 晶粒具有共同的 $\{110\}$ 晶面时, 生成的 α_{GB} 的 $\{0001\}$ 晶面会平行于这个共同的 $\{110\}$ 晶面, 并使 α_{GB} 产生变体选择。目前 α_{WGB} 的形核机制主要有以下两种: 一是激发形核; 二是界面不稳定形核。APPOLAIRE 等^[12]通过实验观察到 α_{WGB} 在 α_{GB} 处形核并向晶内长大, 且 α_{WGB} 与 α_{GB} 具有不同的取向, 基于传统的形核和扩散控制长大理论, 他们提出了激发形核的模型; 而 SUN 等^[13]和 TANG 等^[9]在实验中发现 α_{WGB} 继承了 α_{GB} 的取向并向原 β 晶内生长, 基于此发现他们提出了完全不同于激发形核的一种新的形核模式, 即界面不稳定形核。在

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51531005, U1867202, 51421001); 中央高校基本科研业务费(106112017CDJQJ138803)

收稿日期: 2018-03-01; 修订日期: 2019-07-10

通信作者: 栾佰峰, 教授, 博士; 电话: 023-65106067; E-mail: bfluan@cqu.edu.cn

张新宇, 教授, 博士; 电话: 0335-8057047; E-mail: xyzhang@ysu.edu.cn

$\beta \rightarrow \alpha$ 转变过程中, 由于 α 相与 β 相的结构存在差异, 会导致新相与母相之间产生形状应变, 为了协调该形状应变, α_{WI} 往往会择优团聚到一起并形成特殊的变体团簇来减小总的应变能, 即所谓的自协作机制^[14-15]。迄今为止, 各种类型的变体团簇在不同合金中被发现, 例如在 Ti-7333^[16]合金中发现 V 型的两变体团簇; 在纯 Ti^[17]中观察到三角形貌的三变体团簇; 在 $\text{Co}_{50}\text{Ni}_{20}\text{Ga}_{30}$ ^[18]形状记忆合金中产生了金刚石形貌的四变体团簇。

本文作者以新开发的 β -51.1Zr40.2Ti4.5Al4.2V(质量分数, %)为研究对象, 通过适当的热处理使 α 相在 β 晶粒中析出, 采用电子背散射谱 (Electron backscattered diffraction, EBSD)等先进表征手段深入研究 3 种 α 相的形核机制, 并结合 X 射线衍射(XRD)和硬度法研究组织与性能的关系, 以期为合金的应用提供丰富的理论基础, 从而更好地调控组织分布并获得优异的服役性能。

1 实验

本实验所用的锆合金为 51.1Zr40.2Ti4.5Al4.2V(质量分数, %), 以海绵锆($w(\text{Zr}+\text{Hf}) \geq 99.5\%$), 海绵钛($w(\text{Ti}) \geq 99.5\%$), 工业纯铝($w(\text{Al}) \geq 99.5\%$)和工业纯钒($w(\text{V}) \geq 99.5\%$)为原料, 按照名义成分配比, 采用真空自耗电弧炉进行 3 次熔炼, 以确保成分均匀。获得的铸锭经过多次反复锻造以破碎铸态大晶粒, 随后在 1050 °C 均匀化 3 h, 切去表面的氧化层后再将合金在 800 °C 多道次累积热轧 90% 的变形量, 将获得的热轧板在真空炉中 850 °C 保温 1 h, 然后立即取出水冷至室温, 这里定义此状态为收货态。采用线切割从收货态板材上取样在 750 °C 真空退火 30 min 后随炉冷却, 当温度分别冷却至 700、650、600、550 °C 时取出样品并迅速水淬。此外当炉冷到 600、550、500 °C 时再分别保温 6 h, 以探究组织和性能的内在联系。详细的热处理工艺如图 1 所示。

使用 Tescan MIRA3 场发射扫描电镜及配备的电子通道衬度技术 (Electron channeling contrast, ECC) 和 EBSD 探头研究热处理前后合金的组织特征, 利用牛津仪器 (Oxford instrument) 的 HKL channel 5 软件采集和分析数据。合金样品制备先水磨至 4000# 砂纸, 然后在 90% (体积分数) 的冰醋酸 + 10% (价积分数) 的高氯酸混合溶液中电解抛光, 抛光电压为 30 V。通过 Rigaku D/max-2500 X 射线衍射仪进行合金的物相分析, 选用 $\text{Cu K}\alpha$ 辐射 ($\lambda = 0.154056 \text{ nm}$), 工作电压 40 kV,

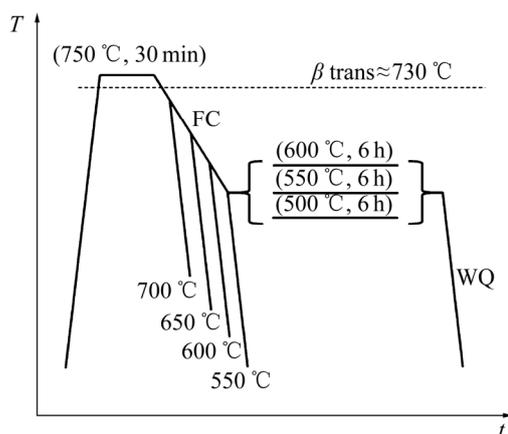


图 1 热处理示意图

Fig. 1 Schematic illustration of heat treatment

工作电流 150 mA, 扫描速度 2 (°)/min, 扫描范围 20°~80°。将抛光后的试样进行硬度测试, 所用仪器为 MH-3N 数字式显微硬度计, 载荷为 9.8 N, 加载时间 10 s, 每个样品取 30 个测试点, 最后将所得数据用 Origin8.5 软件进行统计和分析。

2 结果与讨论

2.1 热处理前后组织

收货态板材的组织如图 2 所示, 由 ECC 及 XRD 结果可知其为单相 β 相, 因收货态固溶温度为 850 °C, 高于 DSC 测试的完全 β 相转变终止温度, 故水冷后得到单相的 β 等轴晶。通过截线法对多张 ECC 图片进行测量, 测得晶粒尺寸约为 100 μm 。

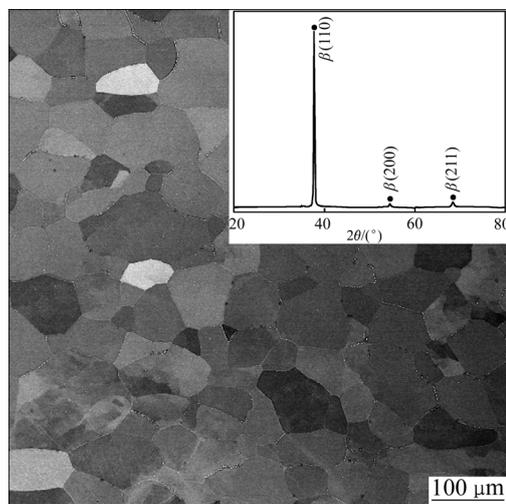


图 2 收货态板材的组织分析

Fig. 2 Microstructure analyses of as-received plate

合金经 750 °C 保温 30 min 后分别炉冷到 700 °C、650 °C、600 °C 和 550 °C 时立即取出水冷至室温, 其组织如图 3 所示。图 3(a) 所示为炉冷到 700 °C 的 ECC 组织图, 图中没有观察到 α 相析出; 图 3(b) 所示为炉冷到 650 °C 的 ECC 组织图, 发现 α 相优先在晶界附近析出, 并向晶内生长; 图 3(c) 和 (d) 结果表明, 炉冷到 600 °C 和 550 °C 时 α 板条已在原 β 晶粒内部充分析出。

为进一步确定炉冷到 700 °C 时合金的组织状态, 图 4 给出了相应的 EBSD 测试结果。图 4(a) 所示为反极图(Inverse Pole Figure, IPF)配色的大角度晶界(15° 以上)图, 图 4(b) 则为相应区域的相组成图, 由图 4(b) 可知扫描区域为单相 β 相。TAN 等^[19] 在 47Zr-45Ti-5Al-3V 合金的 $\beta \rightarrow \alpha$ 转变动力学研究中指出, β 相转变为 α 相的过程分为 3 个阶段, 第一阶段为孕育期, 而孕育期的长短主要取决于过冷度。本实验样品炉冷到 700 °C 的过程中, 即使温度低于完全 β 相区, 但由于过冷度很小, α 相形核的驱动力较小, 形核非常困难, 因此, 该过程中没有 α 相析出。

2.2 α 相的形核机制

图 3 的组织演变结果表明, 在 700 °C 到 600 °C 的炉冷阶段, 不同类型的 α 相在 β 晶粒中先后析出。图 5 给出了炉冷到 650 °C 时的 EBSD 扫描结果, 图 5(a) 为该区域的全欧拉角图, 其中 4 个原 β 晶粒分别标记为 β_1 到 β_4 ; 图 5(c) 所示为相应区域的相组成图, 可知 α 相在炉冷初期主要在晶界上形核并向晶内扩展。由全欧拉角图可知, β_1/β_3 和 β_1/β_4 界面上的晶界 α (以下简称 α_{GB}) 已经向晶内扩展, 故本文以 β_1/β_2 为例研究 α_{GB} 的形核机制。图 5(b) 给出了 β_1 和 β_2 的(110)极图, 图 5(d) 所示则为 β_1/β_2 界面上 α_{GB} 的(0001)极图。从图 5(b) 中可知, β_1 和 β_2 具有一个共同的(110)极点, 如图中蓝色方框所示, 而图 5(d) 中 α_{GB} 的(0001)极点正好平行于该公共点, 这与已有的实验结论非常吻合^[11]。此外, 从图 5(a) 中可以看到, β_1/β_3 和 β_1/β_4 界面附近的 α 相明显多于 β_1/β_2 界面附近的 α 相, 图中白色数字为 β_1 与周围 3 个 β 晶粒的取向差角。张雪等^[20] 通过对 Ti-7333 合金中 100 条晶界的取向差进行统计, 发现有

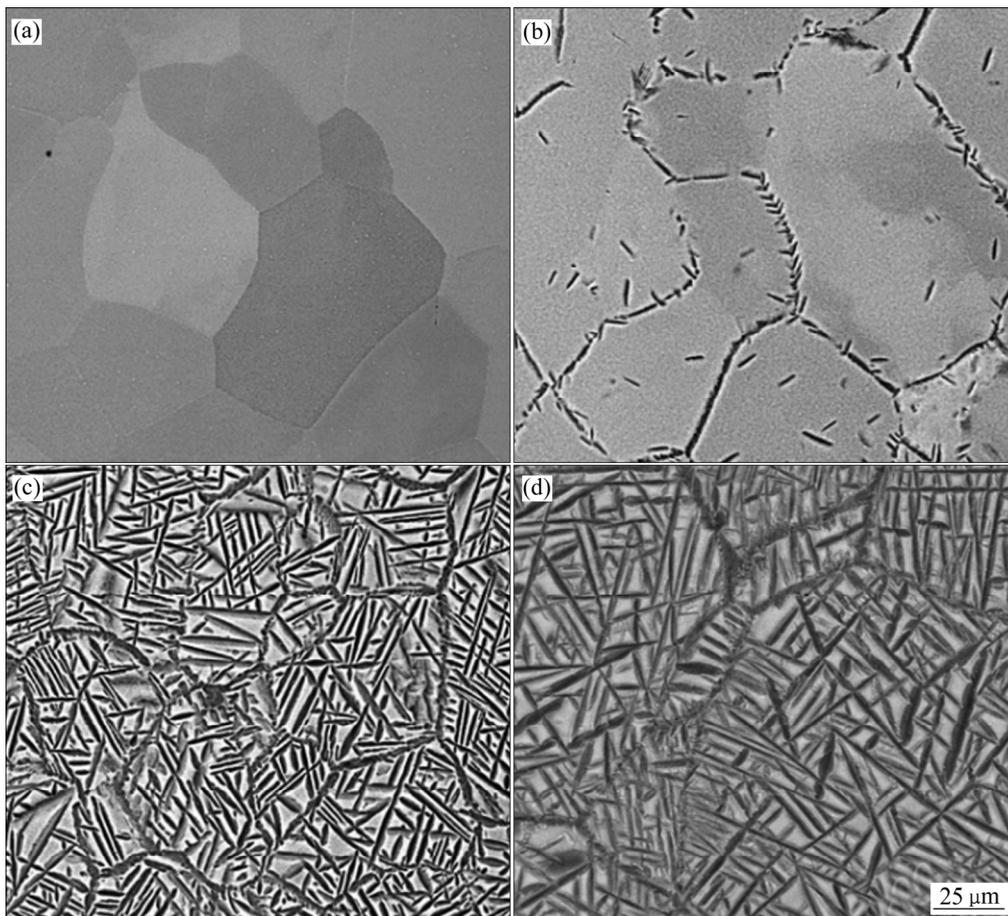


图 3 750 °C 保温 30 min 后再分别炉冷到不同温度后的显微组织演变

Fig.3 Microstructure evolution obtained by water quenching at different temperatures during slow cooling process from 750 °C to different temperatures (30 min): (a) 700 °C; (b) 650 °C; (c) 600 °C; (d) 550 °C

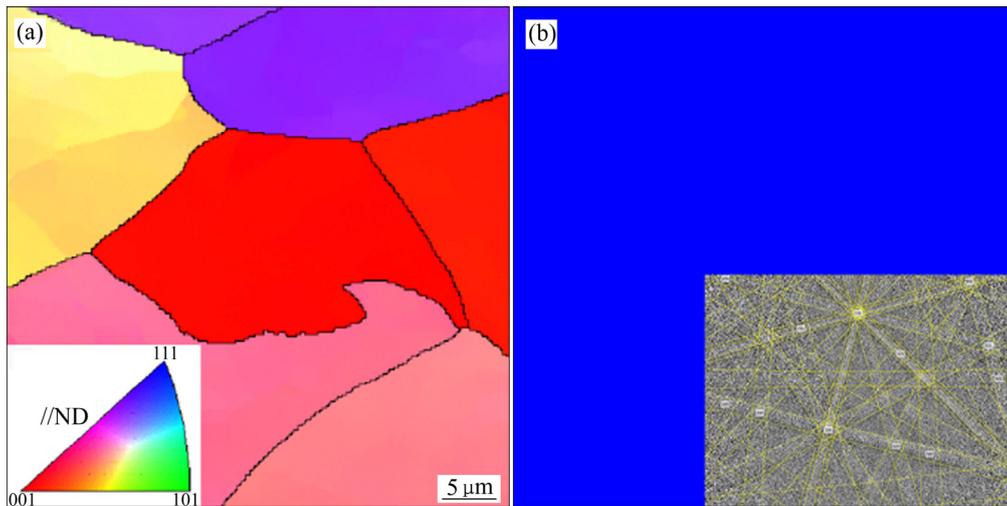


图4 合金从750 °C炉冷至700 °C再水冷至室温的EBSD谱

Fig. 4 EBSD maps of alloy furnace cooling from 750 °C to 700 °C and then quench by water: (a) IPF map superimposed with high grain boundary (above 15°); (b) Phase map

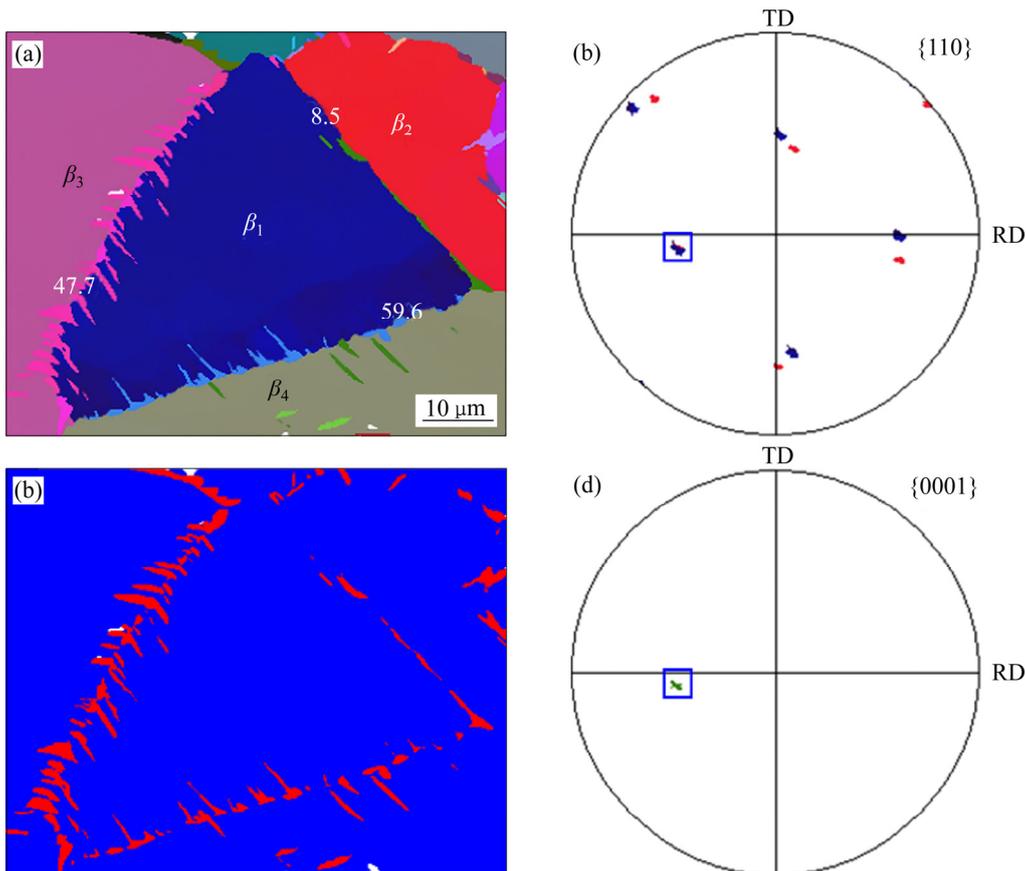


图5 合金从750 °C炉冷至650 °C再水冷至室温的EBSD及相应的取向信息图

Fig. 5 EBSD maps and relevant pole figures of alloy furnace cooling from 750 °C to 650 °C and then quenched by water: (a) All Euler angles map; (b) (110) pole figure of β_1 and β_2 in (a); (c) Phase map; (d) (0001) pole figure of α_{GB} at β_1/β_2 boundary

α 析出的晶界取向差均大于 15° ，并指出这种差异主要来源于晶界能的不同，小角度晶界(15° 以下)界面上的原子排列相对整齐有序，与大角度晶界相比，小角度

晶界的界面能和扩散系数较低，因此， α 相在小角度界面上形核和生长更困难。图5(a)中 β_1/β_2 晶界属于小角度晶界，而 β_1/β_3 和 β_1/β_4 晶界均为大角度晶界，故

β_1/β_2 界面上的分布的 α 相比另外两个界面上少。

图 6 所示为图 5 中的组织放大图及相应的取向信息图。图 6(a)所示为晶粒 β_1 和 β_3 及位于其间的 α_{GB} 的全欧拉角图, 图 6(b)分别给出了图 6(a)中 β 相的(110)和 α 相的(0001)极图; 同样, β_1 和 β_4 的全欧拉角图及相应的取向信息分别由图 6(c)和(d)给出。从图 6(b)和(d)的(110)极图可知 β_1 与 β_3 及 β_4 均有一个共同的(110)极点, 而在相应晶界处生成 α_{GB} 的(0001)面均平行于这个共同的(110)面, 相应的极点由红色和绿色小圆圈分别标出, 这进一步证明前面 α_{GB} 的形核规律是普遍存在的。仔细观察图 6(a)和(b)可以发现, 图 6(a)中 α_{GB} 和 α_{WGB} 在全欧拉角图中具有相同的颜色, 即具有相同的取向。类似的实验现象可以在 SUN 等^[13]和 TANG 等^[9]的实验中获得, 推断该区域的 α_{WGB} 的形核机制为界面不稳定形核, 即 α_{WGB} 继承 α_{GB} 的取向并朝着晶内生长形成平行的板条区; 而图 6(c)中 α_{GB} 和 α_{WGB} 在全欧拉角图中除了具有相同的颜色(蓝色), 还有其他颜色(绿色)的 α_{WGB} 形核并朝着晶内生长, 故该区域的 α_{WGB} 的形核机制为界面不稳定形核和激发形核机制共存。通过对其它区域晶界附近 α 相进行大范围统计, 得出在该合金炉冷的早期阶段, α_{WGB} 的形核主要以界

面不稳定形核机制为主, 激发形核机制很少出现。TANG 等^[9]统计不同钛合金中 α_{WGB} 的形核机制, 并计算了相应的钛合金 β 稳定系数(K_β)得出, 随着 K_β 的增加 α_{WGB} 的形核机制逐渐由界面不稳定形核向激发形核过渡, 本文合金的初始状态为 β -Zr 合金, 其 K_β 暂时无法通过计算获得, 但以往的研究结果表明, 在变形过程中该合金极容易发生应力诱导马氏体相变^[21], 组织结构非常不稳定, 因此本实验所得 α_{WGB} 的形核机制符合该合金的结构特性。

图 3(c)的 ECC 结果表明, 从 750 °C 炉冷到 600 °C 再水冷后 α 板条已经在原 β 晶粒内部充分析出, 为分析 α_{W1} 板条团簇的类型, 在原 β 晶粒内部任选一块区域进行 EBSD 定量分析, 其结果如图 7 所示。图 7(a)为该区域的菊池带衬度(Band contrast, BC)图, 从图中可以看出, α 板条交错分布并呈三角形, 不同方向的 α 板条代表不同的 α 变体。取其中一个三角形进行变体分析, 其 IPF 图如图 7(b)所示, 这三种变体的(0001)和(11 $\bar{2}$ 0)极图分别见图 7(c)和(d)。从(0001)极图可以看出, 3 种变体的 c 轴相互之间夹角 60°, 而在(11 $\bar{2}$ 0)极图中存在一个共同的 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 极点(如图 7(d)中黑色椭圆圈所示), 该取向关系用角-轴表示为 60°/ $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 。

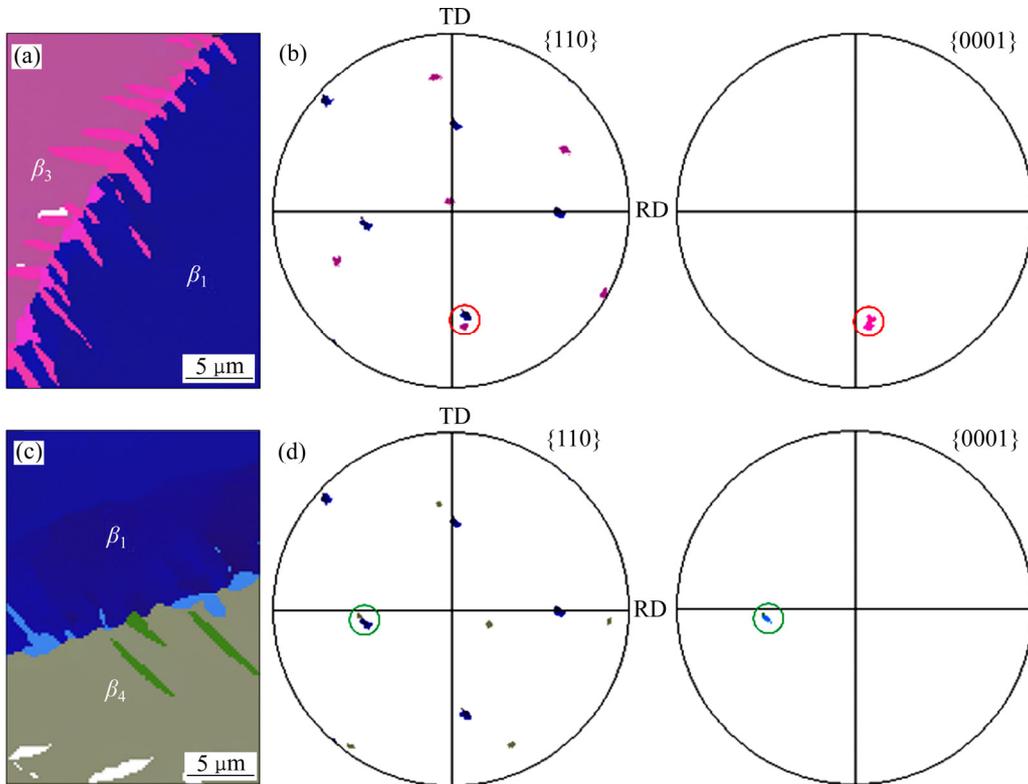


图 6 β 相界面微区组织放大图及相应的取向信息图

Fig. 6 Magnified regions of microstructure in Fig.5 and corresponding orientation information maps: (a) All Euler angles map of β_1 , β_3 and α_{GB} at β_1/β_3 boundary; (b) (110) pole figure of β phase and (0001) pole figure of α phase in (a); (c) All Euler angles map of β_1 , β_4 and α_{GB} at β_1/β_4 boundary; (d) (110) pole figure of β phase and (0001) pole figure of α phase in (c)

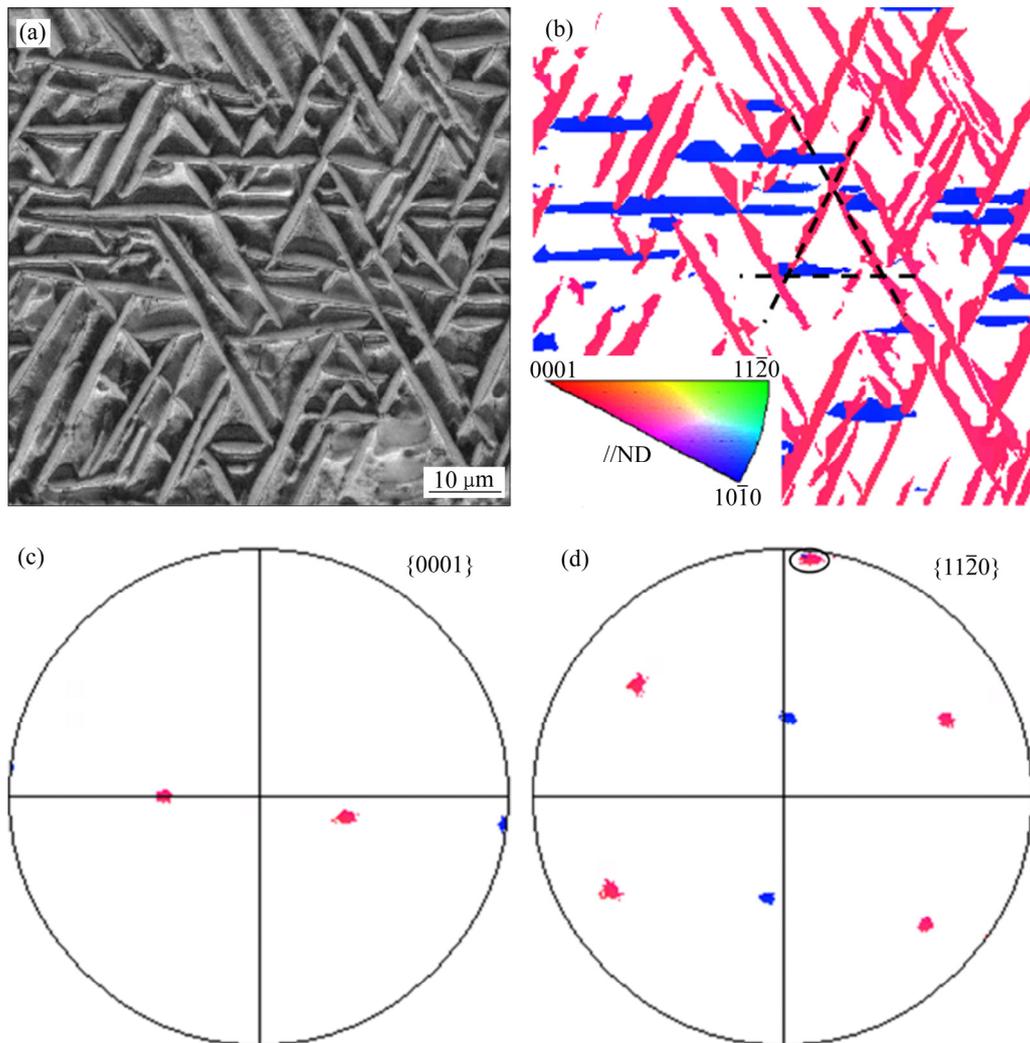


图7 合金从750 °C炉冷至600 °C再水冷至室温的EBSD图及相应的取向信息图

Fig. 7 EBSD maps and relevant pole figures of alloy furnace cooling from 750 °C to 600 °C and then quenched by water: (a) BC map; (b) IPF map of a three-variant clusters group; (c) {0001} pole figure of α variants in Fig. (b); (d) {11 $\bar{2}$ 0} pole figure of α variants in Fig. (b)

因此, 该区域中 α_{w1} 的分布并不是随机的, 而是择优形成三变体团簇, 3 个变体间符合 $60^\circ/\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 取向关系。由于 $\beta \rightarrow \alpha$ 相转变过程中会产生形状应变, 而变体团簇现象正是为了协调该应变。对于不同类型的变体团簇, 其自协作程度(Degree of self-accommodation, DSA)也不同。SRIVASTAVA 等^[22]通过经典的唯象理论计算了锆合金中不同变体团簇的 DSA 值, 结果表明, 三变体团簇具有最高的 DSA 值, 故在本研究的锆合金中观察到三变体团簇形成是十分合理的。

2.3 组织与性能的联系

合金的组织与性能紧密相关, 锆合金中 α 相强度较高, 而 β 相塑性较好, 因此, 两相的相对含量对合

金的性能影响很大^[21]。为了对比研究 α 相含量等组织变化规律与合金强度或硬度等力学性能之间的内在联系, 本研究在炉冷到 600 °C、550 °C 和 500 °C 时分别再保温 6 h, 得到不同 α 含量的 3 种状态合金样品。TAN 等^[19]指出 $\beta \rightarrow \alpha$ 转变的 3 个状态中最后一个状态为平衡态, 即在某一温度下保温达到一定时间后 α 相的含量不再变化, 故本文选择保温 6 h 以确保各个温度下 α 相含量都达到稳定状态, 相应的组织如图 8 所示。图 8(a)、(b)、(c)所示分别为 600 °C、550 °C 和 500 °C 时保温 6 h 后的 ECC 组织图, 其中 600 °C 和 550 °C 保温 6 h 后的组织相类似, α_{GB} 及 α 板条间的残余 β 相清晰可见, 而图 8(c)中 α_{GB} 已经非常模糊, 且根据 α 板条形貌难以确定其成分。为此, 对 500 °C 保

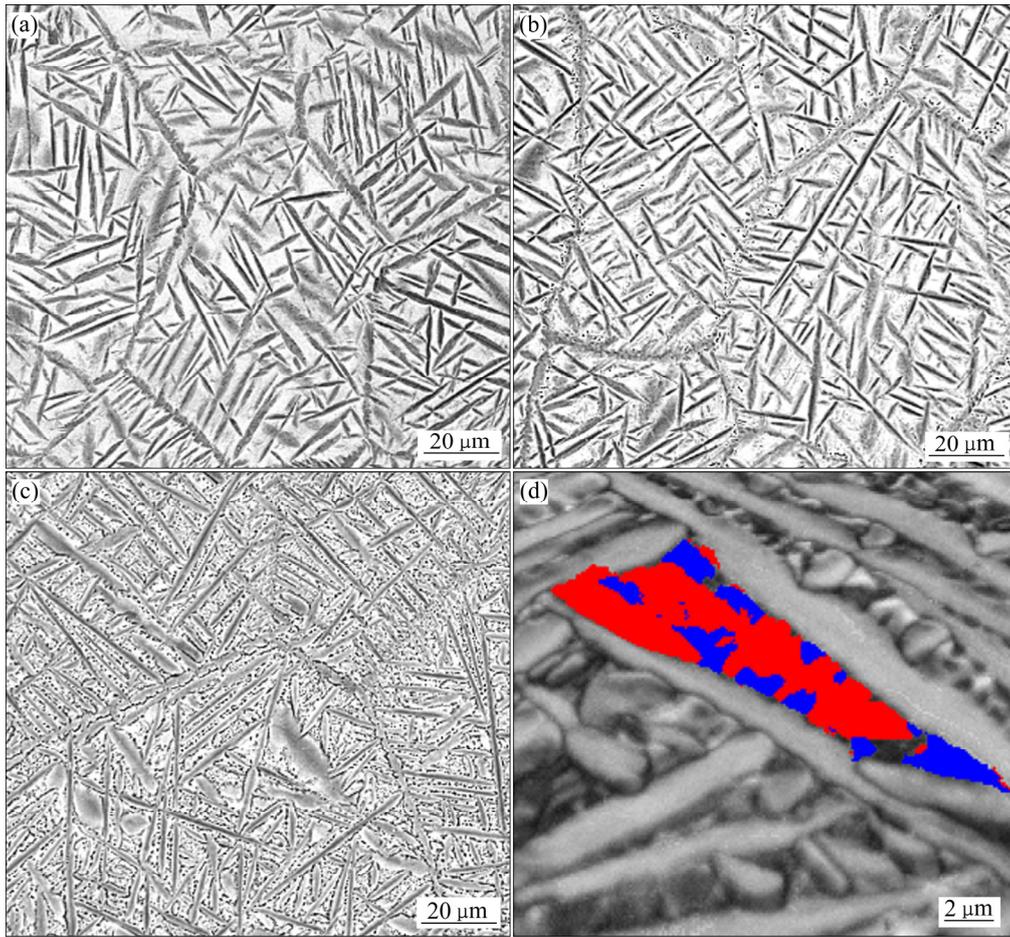


图 8 合金炉冷至各温度再保温 6 h 后的组织图

Fig. 8 ECC micrographs of alloy furnace cooling to different temperatures and then keep for 6 h and EBSD of small region in Fig. (c): (a) 600 °C; (b) 550 °C; (c) 500 °C; (d) EBSD

温 6 h 的合金进行 EBSD 分析, 图 8(d)给出了部分相组成图叠加的 BC 图, EBSD 结果表明, 大的 α 板条间的残余 β 相在 500 °C 保温 6 h 的过程中也开始向 α 相转变。

为了确定各保温状态下合金组织中 α 相的相对含量, 对 3 个保温状态的合金进行了 XRD 物相扫描, 其结果见图 9。由图 9 可知, 3 个状态的合金均为 $\alpha + \beta$ 相。 α 相的体积分数使用以下公式进行计算^[23]:

$$f_a = \frac{1}{1 + \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m \left(\frac{I_i^\beta}{R_i^\beta} \right) / \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \left(\frac{I_i^\alpha}{R_i^\alpha} \right)} \quad (1)$$

式中: m 和 n 分别为 β 和 α 在计算过程中所选用峰的个数; I 为某一衍射峰的积分强度; 散射因数 R 通过下面的等式计算^[23]:

$$R_i = \left(\frac{1}{V^2} \right) \left[|F_i|^2 P_i \left(\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta} \right) \right] e^{-2M} \quad (2)$$

式中: V 为晶胞的体积; F_i 是结构因数; P_i 是多重性因数; $\frac{1 + \cos^2 2\theta}{\sin^2 \theta \cos \theta}$ 是角因数; e^{-2M} 为温度因数。

本文选取 β 相的(110)和(200)衍射峰以及 α 相的(10 $\bar{1}$ 0)、(0002)、(10 $\bar{1}$ 1), (10 $\bar{1}$ 2)和(11 $\bar{2}$ 0)衍射峰进行相应计算。

各状态 α 相的体积分数如图 10 所示。由图 10 可知, 随着保温温度从 600 °C 降低到 500 °C, α 相的相对含量从 50% 增加到 87%。图 10 还相应给出了各状态的显微硬度, 可知随着 α 相含量的增加, 合金的显微硬度也随之增大。相对于 β 相, α 相的硬度更高, 且 α 相含量增加会导致 α/β 界面增加, 故 α 相对合金有很强的硬化作用。

根据图 10 中 α 相的相对含量以及对应的合金硬度值, 我们拟合了它们的关系曲线。图 11 结果表明, α 相的相对含量和硬度呈现出明显的线性关系。两者之间近似满足 $H=1.7f_a+262$ 的关系。其中 H 为硬度, f_a

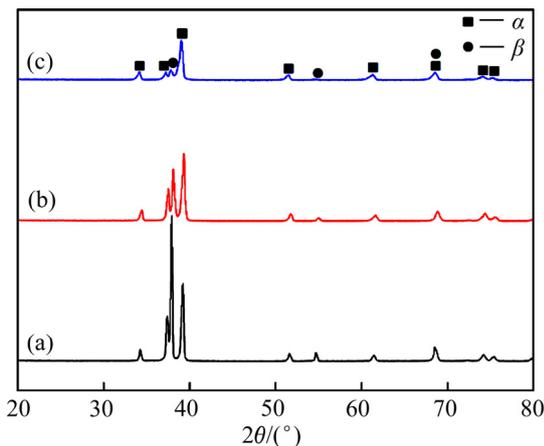


图9 合金炉冷至各温度再保温 6 h 后的 XRD 谱

Fig. 9 XRD patterns of alloy furnace cooling to 600, 550, 500 °C and then keep for 6 h: (a) (600 °C, 6 h)+WQ; (b) (550 °C, 6 h)+WQ; (c) (500 °C, 6 h)+WQ

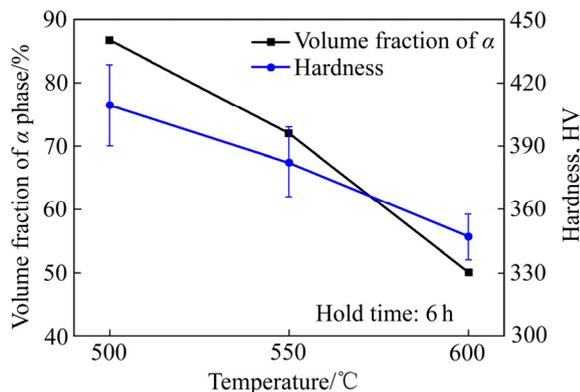


图10 α 相的含量及显微硬度与保温温度的关系

Fig. 10 Relationship between volume fraction of α precipitates and micro-hardness and holding temperature

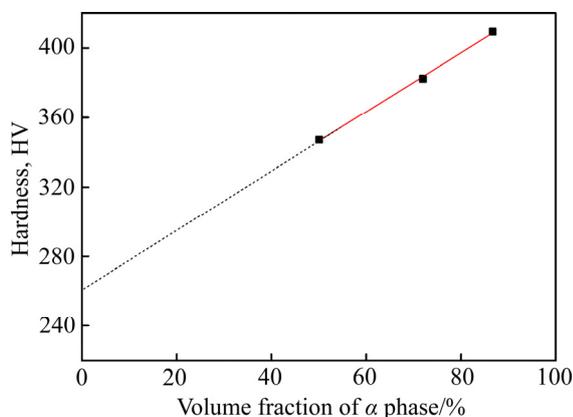


图11 α 相的含量与显微硬度的关系

Fig. 11 Relationship between volume fraction of α phase and micro-hardness

为 α 相的相对含量。根据公式可知,在 α 相含量为 0(完全 β 相)时,外推得出合金的硬度值为 262HV,与实际测量值(290HV)接近,反映出拟合所得线性关系能比较准确地描述硬度和 α 相的相对含量之间的定量关系。

3 结论

1) α_{GB} 的形核受到相邻 β 晶粒取向的影响,当两相邻 β 晶粒具有共同的 $\{110\}$ 晶面时, $\{0001\}_{\alpha}$ 面平行于这个共有 $\{110\}_{\beta}$ 面的 α_{GB} 会优先生成。

2) α_{WGB} 的形核主要以界面不稳定形核为主,极少数区域存在激发形核机制, α_{WGB} 主要继承 α_{GB} 的取向并向晶内生长,并在晶界附近形成平行板条区。

3) 在 $\beta \rightarrow \alpha$ 转变过程中由于晶格类型的改变 α_{WI} 会与母相产生形状应变, α_{WI} 通过自协作机制形成三变体团簇来协调该应变,变体之间满足 $60^\circ/\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 取向关系。

4) 从 750 °C 炉冷到 500 °C 的过程中合金仅含有 α 和 β 两相,且随着保温温度的降低, α 相的相对含量增加,合金的硬度也随之增大,拟合结果表明二者之间满足线性关系。

REFERENCES

- [1] ZINKLE S J, WAS G S. Materials challenges in nuclear energy[J]. Acta Materialia, 2013, 61(3): 735–758.
- [2] MURTY K L, CHARIT I. Texture development and anisotropic deformation of zirconium alloys[J]. Progress in Nuclear Energy, 2006, 48(4): 325–359.
- [3] 叶青, 栾佰峰. 添加钼对锆合金性能的影响研究[J]. 材料导报, 2011, 25(17): 492–496.
YE Qing, LUAN Bai-feng. Research progress in the effect of molybdenum addition on the properties in Zr-based alloys[J]. Materials Review, 2011, 25(17): 492–496.
- [4] TAN Y B, TIAN C, LIU W C, XIANG S, ZHAO F, LIANG Y L. Effect of rolling temperature on the microstructure and tensile properties of 47Zr-45Ti-5Al-3V alloy[J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2018, 27(4): 1803–1811.
- [5] LIANG S X, YIN L X, ZHENG L Y, MA M Z, LIU R P. The microstructural evolution and grain growth kinetics of TZ20 alloy during isothermal annealing[J]. Materials & Design, 2016, 99: 396–402.

- [6] LIANG S X, YIN L X, ZHOU Y K, FENG X J, MA M Z, LIU R P, TAN C L. Abnormal martensitic transformation of high Zr-containing Ti alloys[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2014, 615: 804–808.
- [7] LIANG S X, YIN L X, LIU X Y, ZHANG X L, MA M Z, LIU R P, TAN C L. Microstructure evolution and mechanical properties response of a TZAV alloy during combined thermomechanical treatments[J]. Materials Science and Engineering A, 2014, 619: 87–94.
- [8] BURGERS W G. On the process of transition of the cubic-body-centered modification into the hexagonal-close-packed modification of zirconium[J]. Physica, 1934, 1(7): 561–586.
- [9] TANG B, KOU H C, ZHANG X, GAO P Y, LI J S. Study on the formation mechanism of α lamellae in a near β titanium alloy[J]. Progress in Natural Science: Materials International, 2016, 26(4): 385–390.
- [10] FAN J K, LI J S, KOU H C, HUA K, TANG B. The interrelationship of fracture toughness and microstructure in a new near β titanium alloy Ti-7Mo-3Nb-3Cr-3Al[J]. Materials Characterization, 2014, 96: 93–99.
- [11] BOHEMEN S M C V, KAMP A, PETROV R H, KESTENS L A I, SIETSMA J. Nucleation and variant selection of secondary α plates in a β Ti alloy[J]. Acta Materialia, 2008, 56(20): 5907–5914.
- [12] APPOLAIRE B, HERICHER L, AEBY-GAUTIER E. Modelling of phase transformation kinetics in Ti alloys— Isothermal treatments[J]. Acta Materialia, 2005, 53(10): 3001–3011.
- [13] SUN Z C, GUO S S, YANG H. Nucleation and growth mechanism of α -lamellae of Ti alloy TA15 cooling from an $\alpha+\beta$ phase field[J]. Acta Materialia, 2013, 61(6): 2057–2064.
- [14] WAITZ T. The self-accommodated morphology of martensite in nanocrystalline NiTi shape memory alloys[J]. Acta Materialia, 2005, 53(8): 2273–2283.
- [15] CHULIST R, BOHM A, OERTEL C G, SKROTZKI W. Self-accommodation in polycrystalline 10M Ni-Mn-Ga martensite[J]. Journal of Materials Science, 2014, 49(11): 3951–3955.
- [16] DONG R F, LI J S, KOU H C, FAN J K, TANG B, SUN M. Precipitation behavior of α phase during aging treatment in a β -quenched Ti-7333[J]. Materials Characterization, 2018, 140: 275–280.
- [17] WAN S C, AINDOW M, STARINK M J. Effect of self-accommodation on α/α boundary populations in pure titanium[J]. Acta Materialia, 2003, 51(9): 2485–2503.
- [18] MENG F B, LI Y X, LIU H Y, QU J P, ZHANG M, CHEN J L, WU G H. Martensitic transformation in magnetically controlled shape memory alloys Co50Ni20Ga30[J]. Journal of Materials Science & technology, 2004, 20(6): 697–700.
- [19] TAN Y B, YANG L H, DUAN J L, JI L Y, LIU W C. Studies on the kinetics of $\beta\rightarrow\alpha$ phase transformation in 47Zr-45Ti-5Al-3V alloy under isothermal conditions by X-ray diffraction[J]. Materials Characterization, 2016, 112: 98–104.
- [20] 张雪, 寇宏超, 赖运金, 张丰收, 李金山, 周廉. 近 β 钛合金时效过程中次生 α 相的形核机制[J]. 中国有色金属学报, 2013, 23(1): 57–61.
ZHANG Xue, KOU Hong-chao, LAI Yun-jin, ZHANG Feng-shou, LI Jing-shan, ZHOU Lian. Nucleation mechanism of secondary α phase in near β titanium alloy[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2013, 23(1): 57–61.
- [21] QU L, YANG Z N, ZHANG F C, ZHANG M, ZHANG X Y, LIU R P. Effect of deformation and heat treatment on the microstructure and mechanical properties of β -Zr40Ti5Al4V alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2014, 612: 80–89.
- [22] SRIVASTAVA D, MADANGOPAL K, BANERJEE S, RANGANATHAN S. Self accommodation morphology of martensite variants in Zr-2.5wt.%Nb alloy[J]. Acta Metallurgica Et Materialia, 1993, 41(12): 3445–3454.
- [23] DE A K, MURDOCK D C, MATAYA M C, SPEER J G, MATLOCK D K. Quantitative measurement of deformation-induced martensite in 304 stainless steel by X-ray diffraction[J]. Scripta Materialia, 2004, 50(12): 1445–1449.

Microstructure evolution of β -ZrTiAlV alloy during furnace cooling

LI Fei-tao¹, LUAN Bai-feng¹, LIAO Zhong-ni¹, ZHANG Xin-yu², LIU Ri-ping², LIU Qing¹

(1. International Joint Laboratory for Light Alloys, Ministry of Education, College of Materials Science and Engineering, Chongqing University, Chongqing 400044, China;

2. State Key Laboratory of Metastable Materials Science and Technology, Yanshan University, Qinhuangdao 066004, China)

Abstract: The nucleation mechanism of three kinds of α phase (α_{GB} , α_{WGB} and α_{WI}) in furnace-cooling β -51.1Zr40.2Ti4.5Al4.2V alloy and the effect of the relative volume fraction of α and β phases on mechanical properties were investigated systematically by EBSD and XRD. The results show that the α_{GB} with {0001} pole parallel to the common {110} pole of adjacent β grains will present preferred nucleation at β grain boundary. The major nucleation mechanism of α_{WGB} is interface instability nucleation, therefore, α_{WGB} grains nucleate and grow into the interior of prior β grains by inheriting the orientation of α_{GB} . In order to coordinate the strain energy formed during the $\beta \rightarrow \alpha$ transformation, α_{WI} develops three-variant cluster by so-called self-accommodation mechanism, the three variants are related to each other by an angle/axis pair $60^\circ/\langle 11\bar{2}0 \rangle$. With the decrease of furnace-cooling temperature, the relative volume fraction of α phase increases, resulting in the increasement of hardness. There is a linear relationship between hardness and the relative volume fraction of α phase.

Key words: orientation relationship; nucleation mechanism; self-accommodation; EBSD

Foundation item: Projects(51531005, U1867202, 51421001) supported by the National Natural Science Foundation of China; Project(106112017CDJQJ138803) supported by the Fundamental Research Funds for the Central Universities, China

Received date: 2018-03-01; **Accepted date:** 2019-07-10

Corresponding author: LUAN Bai-feng; Tel: +86-23-65106067; E-mail: bfluan@cqu.edu.cn
ZHANG Xin-yu; Tel: +86-335-8057047; E-mail: xyzhang@ysu.edu.cn

(编辑 李艳红)