



固溶时效及预拉伸变形对 Ti-5.5Al-2Zr-1Mo-2.5V合金管材 组织演化及强韧性的影响

伍贵成¹, 刘会群^{2,3}, 冯 春⁴, 李睿哲⁵, 易丹青²

- (1. 中南大学 机电工程学院, 长沙 410083;
2. 中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083;
3. 中南大学 粉末冶金国家重点实验室, 长沙 410083;
4. 中国石油天然气集团公司管材研究所, 西安 710065;
5. 陕西省天然气股份有限公司安全与环境监察部, 西安 710016)

摘 要: 本文研究了固溶时效及固溶预拉伸时效对挤压态Ti-5.5Al-2Zr-1Mo-2.5V钛合金管材微观组织演变、相组成及室温力学性能的影响。结果表明: 高温固溶过程中, 片状 α 相内缠结位错通过运动及反应演化成位错阵列, 进而形成亚晶界, 三角亚晶界形成热沟槽并扩展造成片状 α 相断裂。同时, 淬火以及淬火后预拉伸引入的大量缺陷成为后续时效过程次生 α 相析出的形核位点, 进而诱导次生 α 相数量增加、尺寸变小。淬火试样在450℃时效2 h后室温屈服强度提高30%, 达到1064 MPa, 同时还具有10.5%的断裂总伸长率; 而2.5%预拉伸时效样品屈服强度提升53%, 达到1260 MPa, 但伸长率下降至4.8%。

关键词: 近 α 钛合金管材; 固溶时效; 预拉伸; 微观组织; 强韧性

文章编号: 1004-0609(2022)-03-0741-11

中图分类号: TG146.23

文献标志码: A

引文格式: 伍贵成, 刘会群, 冯春, 等. 固溶时效及预拉伸变形对Ti-5.5Al-2Zr-1Mo-2.5V合金管材组织演化及强韧性的影响[J]. 中国有色金属学报, 2022, 32(3): 741–751. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-42399

WU Gui-cheng, LIU Hui-qun, FENG Chun, et al. Impacts of solution aging treatment and prestretching on microstructure evolution and mechanical properties of Ti-5.5Al-2Zr-1Mo-2.5V alloy for petroleum pipe[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2022, 32(3): 741–751. DOI: 10.11817/j.ysxb.1004.0609.2021-42399

随着全球范围内对油气资源消耗急剧增加及油气开采工业技术的快速发展, 油气勘探开发逐渐向深井、超深井、高温高压井、海洋油气等其他临界井拓展, 与此同时, 油井管如钻杆、油管、套管等面临的服役环境也日渐恶劣^[1-2]。钻杆不仅面临高温高压的工作环境, 而且还受到井底的CO₂、H₂S以及高浓度的Cl⁻甚至单质S等介质综合腐蚀, 对

钻杆的耐腐蚀性能提出新的要求^[3]。如我国塔里木地块的油气井深度达到6000 m以上, 温度高达160℃, 井口压力高达130 MPa, 其中Cl⁻浓度达到1.5×10⁵ mg/L, CO₂分压超过1 MPa^[4-5]。传统的钢制钻杆难以满足日渐苛刻的服役条件, 钛合金由于具有优异的耐腐蚀性能、高的比强度、高的抗疲劳性能以及良好的焊接性能等一系列优点, 正成为国

基金项目: 国家科技重大专项(2016ZX05020-002); 中国石油天然气集团公司科技开发项目(2018D-5010-08)

收稿日期: 2021-09-24; 修订日期: 2021-11-03

通信作者: 刘会群, 副教授, 博士; 电话: 0731-88836320; E-mail: liuhuiqun@csu.edu.cn

内外新型石油钻杆材料的研究热点与重点^[6-7]。

钻杆在工作过程中起到向下部钻具传递驱动扭矩以及传输钻井液作用,所以钻杆常常承受巨大的拉伸力、内外压力、扭曲以及疲劳等^[8]。随着一些超临界井钻探开发,油气开采面临的环境越来越恶劣,对钻杆的屈服强度及塑性提出了更高级别的要求。钻杆用钛合金管材挤压成型后,管体部分不再经历塑性变形,因而后续热处理成为调控管体显微组织及性能的主要手段。挤压后管材典型显微组织为包含连续晶界 α 相及晶内 α 集束的魏氏组织。钛合金中片层 α 相与 β 基体通常保持伯格取向关系^[9],即 $\{0002\}_{\alpha}/\{110\}_{\beta}$ 和 $[11\bar{2}0]_{\alpha}/[111]_{\beta}$,保持着强烈的组织遗传性,往往难以通过单纯热处理来破坏片层组织结构。ZHAO等^[10]在将激光固体成形Ti-6Al-4V块体亚临界温度退火炉冷时发现 α 片层组织发生断裂球化,SABBAN等^[11]通过将选择性激光熔化Ti-6Al-4V块体在 β 相变点下缓慢加热和冷却循环热处理将 α 片层组织球化,其试验材料都存在 α 片层组织内固有大量位错以及位错亚结构的前提条件,这与3D打印过程中合金急速冷却有关。同时,这也说明 α 片状组织内含有大量缠结位错可以通过热处理来实现 α 片状断裂球化目标。一些研究认为钛合金双态组织具有优异的强塑性^[12-13],变形过程中等轴 α 相承受大的塑性变形,而 β 转变组织中细小次生 α 相限制位错自由运动而提高强度。WU等^[14]在研究TA15合金热处理时发现,双态或者三态组织综合力学性能最佳,同时增大双态组织中片层 α 的厚度以及减少等轴 α 含量到20%有利于提升性能。SONG等^[15]将TB3合金固溶后预拉伸产

生大量位错,时效过程 α 片层优先在缺陷处形核析出,同时保持较高的强度及塑性。ZHU等^[16]在调控Ti-5Al-4Zr-8Mo-7V合金时,通过低温时效(530℃)产生高密度纳米级次生 α 析出相诱导1630 MPa的极限强度。可见,通过固溶时效处理能够达到近 α 钛合金较佳的强塑性匹配。

本文以挤压态Ti-5.5Al-2Zr-1Mo-2.5V合金管材为初始对象,探究了920℃固溶过程微观组织的演化,450℃时效2 h期间次生 α 相形核析出行为,不同程度预拉伸对次生 α 相形核的影响,显微组织对合金拉伸强度和塑性的影响。

1 实验

试验用Ti-5.5Al-2Zr-1Mo-2.5V钛合金材料经过三向锻造、挤压等工艺制成管材,其中管壁壁厚(WT)10 mm,管材外径(OD)89 mm,内径(ID) 69 mm,如图1(a)所示。合金管材实际化学成分(质量分数,%)为5.57 Al、1.8 Zr、0.83 Mo、2.5 V,余量Ti,用差热分析法测得合金管材的 β 相转变点为970℃。管材初始组织为具有晶界 α 相镶边的魏氏组织,如图1(b)所示,原始 β 晶粒内分布着数个取向不一的 α 集束,集束内排列着片状 α 相,平均宽度约为5.4 μm 。为防止与氧元素反应干扰实验结果,拉伸试样均为热处理后加工而成,且在固溶时效处理前均涂抹三氧化二铬粉末,进一步防止表面氧化。样品在920℃固溶保温2 h水冷,450℃时效保温2 h空冷。合金预拉伸变形时在室温下以 $2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ 的应变速率进行,分别在1.5%、2.5%及3.5%应变量下卸载,合金样品处理路线如表1所

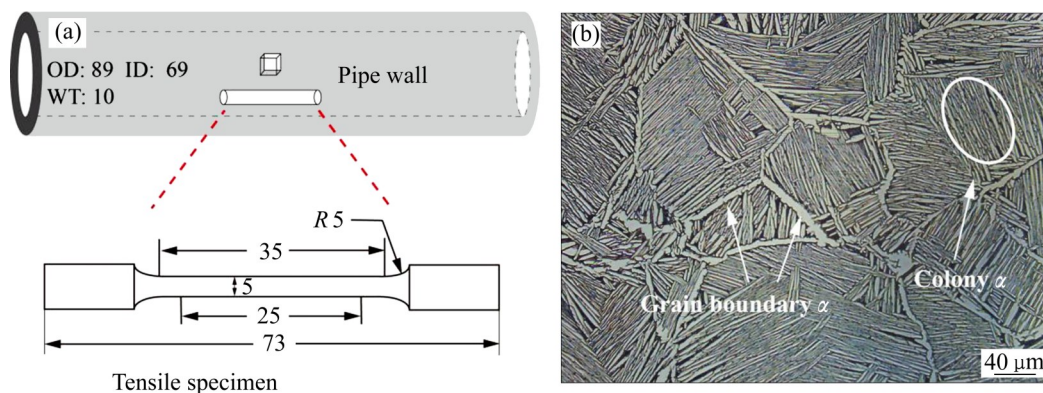


图1 Ti-5.5Al-2Zr-1Mo-2.5V合金管材

Fig. 1 Ti-5.5Al-2Zr-1Mo-2.5V alloy pipe: (a) Sample size (Unit: mm); (b) Starting microstructure

表 1 实验样品不同热处理和预拉伸变形参数

Table 1 Parameters of sample under different heat treatment and pre-stretching deformation

Sample	Solution treatment	Pre-stretching	Aging treatment
Extruded	—	—	—
ST920	920 °C, 2 h, WQ	—	—
ST920A450	920 °C, 2 h, WQ	—	450 °C, 2 h, AC
ST920S1.5A450	920 °C, 2 h, WQ	1.5%	450 °C, 2 h, AC
ST920S2.5A450	920 °C, 2 h, WQ	2.5%	450 °C, 2 h, AC
ST920S3.5A450	920 °C, 2 h, WQ	3.5%	450 °C, 2 h, AC

示。圆棒状拉伸样品尺寸为直径 5 mm, 标距 25 mm, 沿管材纵向取样, 见图 1(a)所示。合金热处理后常规力学测试在 MTS Landmark 电机液压伺服系统以 1 mm/s 变形速率进行。金相扫描测试样品使用砂纸打磨抛光, 采用科勒试剂腐蚀 5 s 观察。透射观察则从待测试样上加工出 0.6 mm 厚的薄片, 减薄至 80 μm , 电解双喷至有微孔, 随后在 Tecnai G2 F20 电镜下开展 TEM 及 HRTEM 检测。

2 结果与讨论

2.1 固溶态组织

图 2 所示为片状 α 相在 920 °C 固溶过程中的演变规律。从图 2(a) 可以看到, 在钛合金组织中有些片层组织含有大量缠结位错, 这也意味着这些片层组织在固溶时效过程可能发生断裂球化。有文献报道^[17]储存于缠结位错的能量高于平面位错阵列的能量。当温度逐渐升高时, 缠结位错处于热动态非平衡状态, 会逐渐通过滑移、攀移或者湮灭向平面位错阵列发展, 以此来降低总自由能。挤压态组织在 920 °C 高温固溶 30 min 后, 位错形态如图 2(b) 所示, 呈现出位错网和位错阵列形态。而这些位错阵列就是亚晶的雏形, 一些位错阵列通过迁移、反应及排列而逐渐多边形化, 继而形成稳定的亚晶界。即在高温固溶过程缠结位错通过形成亚晶界方式来降低总的自由能。与此同时, 伴随高温固溶继续进行, 逐渐发生 $\alpha \rightarrow \beta$ 同素异形相变, 而亚晶界相对于其他非缺陷部位处于高能地区, $\alpha \rightarrow \beta$ 相变首先发生在亚晶界与 β 相交界的三角处, 形成图 2(c) 所示的热沟槽。随着时间延长, 热沟槽逐渐扩展, β 相逐渐嵌入到 α/β 相界内, 最终完成片层状 α 相断裂及球化。

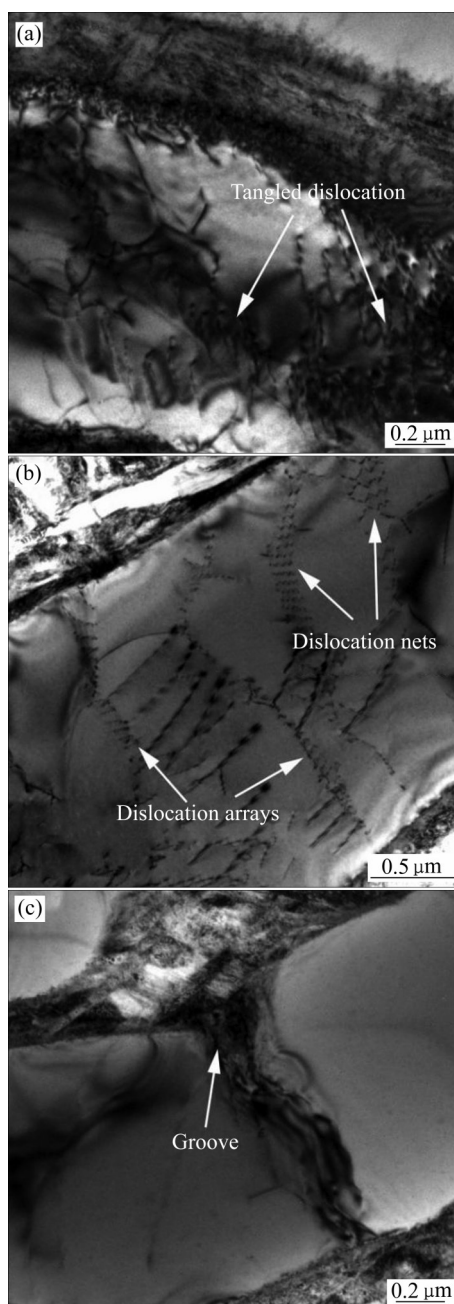


图 2 固溶过程中位错结构演变

Fig. 2 Dislocation structure evolution during solid solution treatment: (a) Extruded; (b) Treated at 920 °C for 30 min; (c) Treated at 920 °C for 1 h

图3所示为Ti-5.5Al-2Zr-1Mo-2.5V合金挤压态组织在920℃固溶2h水淬后显微组织。如图3(a)显示,原始 α 集束大量溶解,有些长片状 α 相已经转

变成断断续续的短棒状 α 相, β 基体上分布着细小的针状马氏体 α' 。在加热和保温阶段,由于V等稳定 β 相合金元素扩散作用^[18],片状 α 相尖端以及从

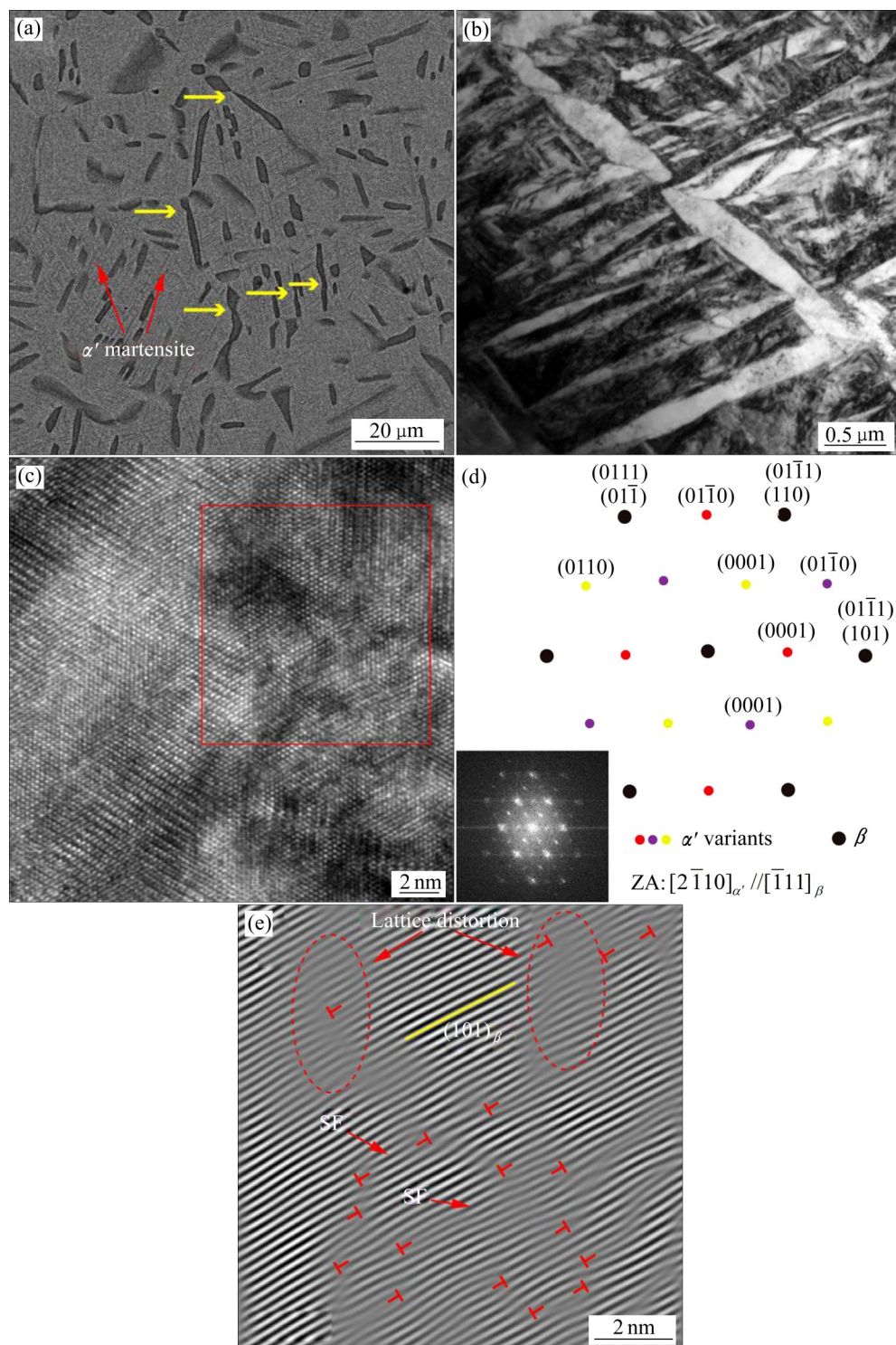


图3 合金在920℃固溶2h水淬后的显微组织

Fig. 3 Microstructures of alloy treated at 920 °C for 2 h and water quenching: (a) SEM image containing intermittent lamellar α and acicular α' martensite; (b) TEM image of α' martensite; (c) HRTEM micrograph between matrix β phase and α' martensite; (d) Schematic diagram of diffraction pattern; (e) IFFT image indicating mass of dislocations, stacking faults and lattice distortion

片状 α 相分支分解而来的细小片状 α 相首先发生溶解,其次向上文讨论的那样,位错运动及反应逐渐演化为位错阵列以及亚晶界,后续亚晶界在 $\alpha \rightarrow \beta$ 相变过程中首先发生溶解形成热沟槽,如图3(a)中黄色箭头所示,最终片状 α 相断裂形成图中断续短棒状 α 相。同时也可以看到还分布着些许长条状的片状 α 相没有发生断裂,这也证实了片状 α 相发生断裂球化的前提条件,即片状 α 相内部固有大量缠结位错,而在本研究中初始挤压态组织有些片状 α 相内有大量位错而另一些片状 α 相位错含量较少,从而造成片状 α 相断裂不彻底。

合金组织固溶水淬后由于来不及长大及粗化,断续片状 α 相保留下来,而残余 β 相由于来不及扩散而发生切变反应形成针状马氏体 α' ^[19],如图3(a)和3(b)所示。可以从图3(b)中清楚地看到, β 转变基体中分布着大量纳米尺度马氏体,而马氏体在后续时效过程中发生分解,形成细小的次生 α 相,将会大大增加 α/β 相界面,缩短拉伸变形过程位错滑移的自由长度,进而提高屈服强度。由图3(c)可以看出,数个 α' 马氏体变体分布在 β 基体中,衍射花样如图3(d)所示,图3(e)所示为图3(c)中红色矩形区域的反傅里叶变换图,从图3(e)中可以看到,晶格在发生马氏体切变期间产生数量众多的位错、层错以及晶格扭曲等缺陷,这主要源于马氏体切变过程太快,合金元素扩散来不及发生,产生大量晶格缺陷,同时马氏体切变期间产生的大量晶格缺陷也为后续低温时效过程次生 α 相析出提供形核位点,形核位点越多,次生 α 相尺寸也就越小,产生的 α/β 界面也就越多^[20]。

2.2 时效态组织

挤压态组织在920℃固溶2h及450℃时效2h后的显微组织如图4所示。从图4(a)能清晰分辨出原始 β 晶粒内分布着大致平行的断续片状 α 相,可以推测这些断续片状 α 相原本属于同一个 α 集束,同时 α 晶界也由于发生 $\alpha \rightarrow \beta$ 相变从原始连续状转变成不连续的形态。此时,片状 α 相平均宽度降为1.3 μm ,纵横比约为7.1:1,体积分数下降到27%。固溶时效后片状 α 相的体积分数由挤压态的93%降为27%,可见大量片状 α 相在920℃高温固溶期间发生了 $\alpha \rightarrow \beta$ 相变。由于次生 α 相尺寸较小且与基体对比度不明显,所以从图4(a)扫描图中并不能明显

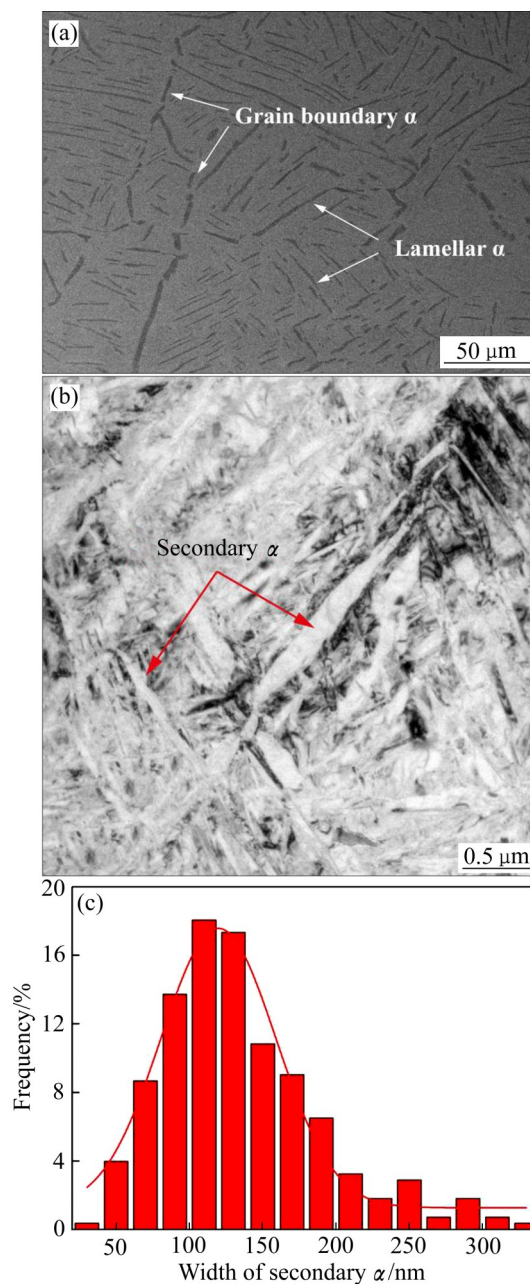


图4 ST920A450样品显微组织及次生 α 相宽度分布

Fig. 4 Microstructures of ST920A450 sample: (a) SEM image incorporating intermittent lamellar α and discontinuous α_{GB} ; (b) TEM image of secondary α ; (c) Width distribution histogram for secondary α phase

地看到次生 α 相。图4(b)透射图显示了时效后次生 α 相形态及分布,可以看到 β 基体上分布着大量次生 α 相,且尺度较少,有些次生 α 相呈现白色而有一些呈现黑色,其来源于不同晶体取向。在统计了近300个次生 α 相的宽度后,得到宽度值分布如图4(c)所示,符合典型的正态分布,平均宽度约为140 nm,可见较低的温度时效过程中,次生 α 相形核位

点众多尺度较少。ZHANG等^[21]将Ti-7333在 β 相区固溶后575℃时效3h得到次生 α 相宽度为190nm,而DU等^[22]将Ti-3.5Al-5Mo-6V-3Cr-2Sn-0.5Fe合金在775℃与830℃分别固溶1h后置于520℃时效8h次生 α 相宽度分别为90nm和130nm左右,本文结果与上述结果类似,同时也说明时效过程中可以析出细小的次生 α 相且 α 相宽度变化范围较大,允许较大范围内调整合金的力学性能。

图5所示为ST920S2.5A450样品经过2.5%预拉伸时效后的次生 α 相透射图以及次生 α 相宽度分布柱状图。从图5(a)可以看到尺度较大的次生 α 相,同时也有许多尺度较小的次生 α 相,平均宽度约为78nm。其相较于ST920A450样品次生 α 相平均宽度下降极为明显。这是由于预拉伸过程中引入了大量缺陷如位错、层错等,而这些晶格缺陷在后续时效期间为次生 α 相形核提供位点,诱导次生 α 相快速形核、数量增加,因而 α 相尺度快速下降^[15]。即低温时效过程形核位点越多,次生 α 相数量也就越多,尺度也就越小。

2.3 力学性能

众所周知,合金力学性能取决于材料微观结构。挤压态样品与热处理态样品力学性能呈现较大差异,如图6所示。如图6可以发现,热处理后样品屈服强度、抗拉强度相较于挤压态样品显著提高,但伸长率均有不同程度的下降。挤压态组织展示出优良的塑性,达到12%,而屈服强度及抗拉强度较低,分别为820MPa和950MPa。挤压态组织内片状 α 相平均尺寸约为5.4 μm ,数倍于ST920A450样品片状 α 相的1.3 μm ,而尺寸较大片状 α 相也能发挥与等轴 α 相相似效果。变形首先发生于尺寸大的片状 α 相内,进而产生大量位错。而由于片状 α 相尺寸较大,位错在其内部滑移距离长,不易塞积,从而避免了过早地局部变形及应力集中,因此位错滑移的连续进行有利于塑性提升。与此同时,从图1挤压态初始组织可以看到,原始 β 晶粒内有许多尺度不一的片状 α 相,可以协调片状 α 与残余 β 相间的变形,防止应力集中在片状 α 相过早发生,从而进一步阻止裂纹过早萌生。因此,片状 α 相的协调变形也在一定程度上有助于塑性提升。ST920状态的样品相较于挤压态组织表现出较高的强度同时保持了优良的塑性。从图3可以看到长条状的片

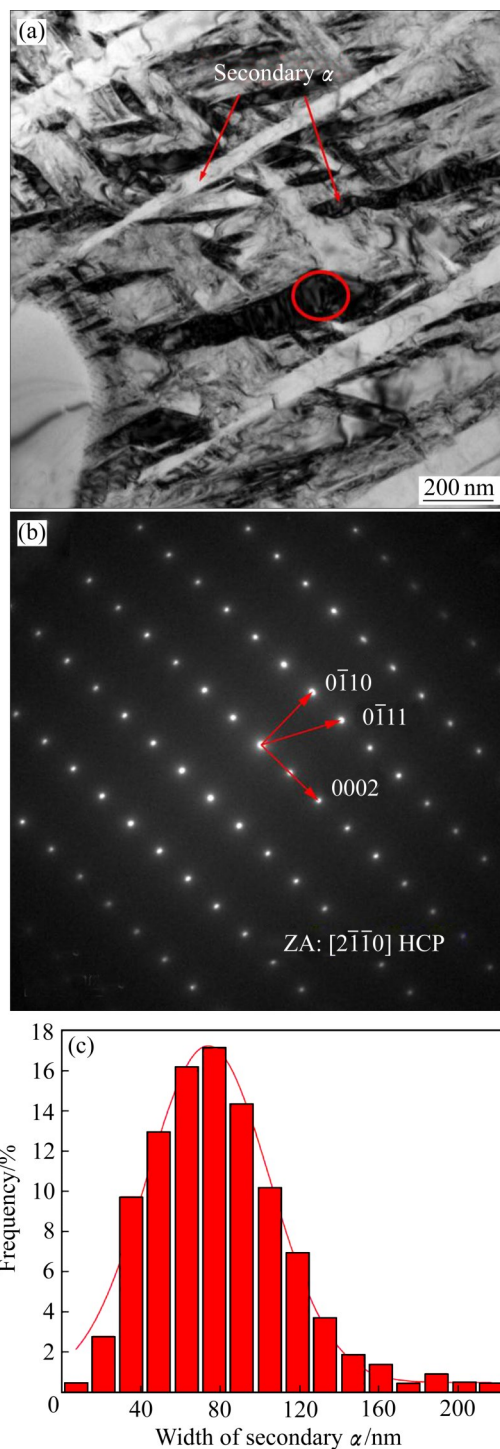


图5 ST920S2.5A450样品次生 α 相的透射图,图(a)中红色圆圈所标记区域选区衍射斑点及次生 α 相宽度柱状图

Fig. 5 TEM image of secondary α in ST920S2.5A450 sample (a), diffraction spot taken from area marked with red circle (b) and width distribution histogram of corresponding secondary α (c)

状 α 相固溶后演变成断续的片状 α 相,而基体充满着细小的马氏体,进而带来大量界面,限制了位错运动,但钛合金中马氏体不同于时效析出的细小 α

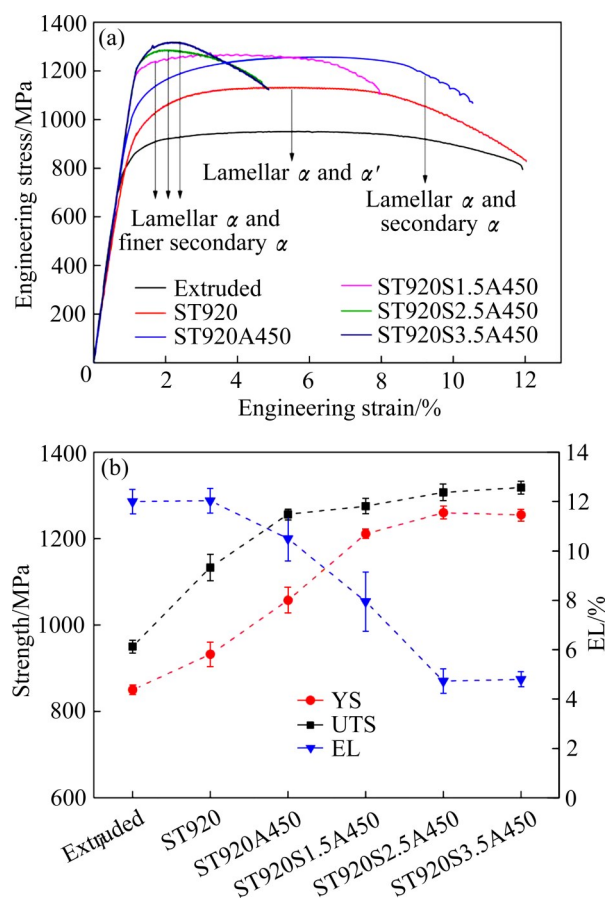


图6 挤压态及固溶时效态合金的力学性能

Fig. 6 Mechanical properties of extruded and different heat treated samples: (a) Tensile stress-strain curves; (b) Yield stress (YS), ultimate tensile strength (UTS) and elongation (EL) curves

相, 强化效果较弱^[23-24], 故 ST920 状态合金拉伸强度相较于 ST920A450 状态较低。

ST920A450 样品经过固溶时效后达到了强度与塑性良好匹配, 屈服强度及抗拉强度提升到 1064 MPa 和 1256 MPa, 塑性些许下降到 10.5%, 其中抗拉强度相对于挤压态样品提升近 300 MPa。合金力学性能取决于组织, 则 ST920A450 样品优异的力学性能决定于粗大断续的片状 α 相、纳米级次生 α 相以及不连续的晶界 α 相这样独特的显微组织。

钛合金中片状 α 相相较于 β 转变组织较软, 塑性变形过程中位错滑移首先在片状 α 相内启动。图 7(a)所示为拉伸变形后片状 α 相内部的位错特征, 图 7(b)所示为沿 $[1\bar{2}1\bar{3}]_{\alpha}$ 方向入射的衍射斑。可以从图中看到大量的位错缠结及众多的位错胞, 直接说明了在拉伸期间片状 α 相内部发生了强烈的塑性变

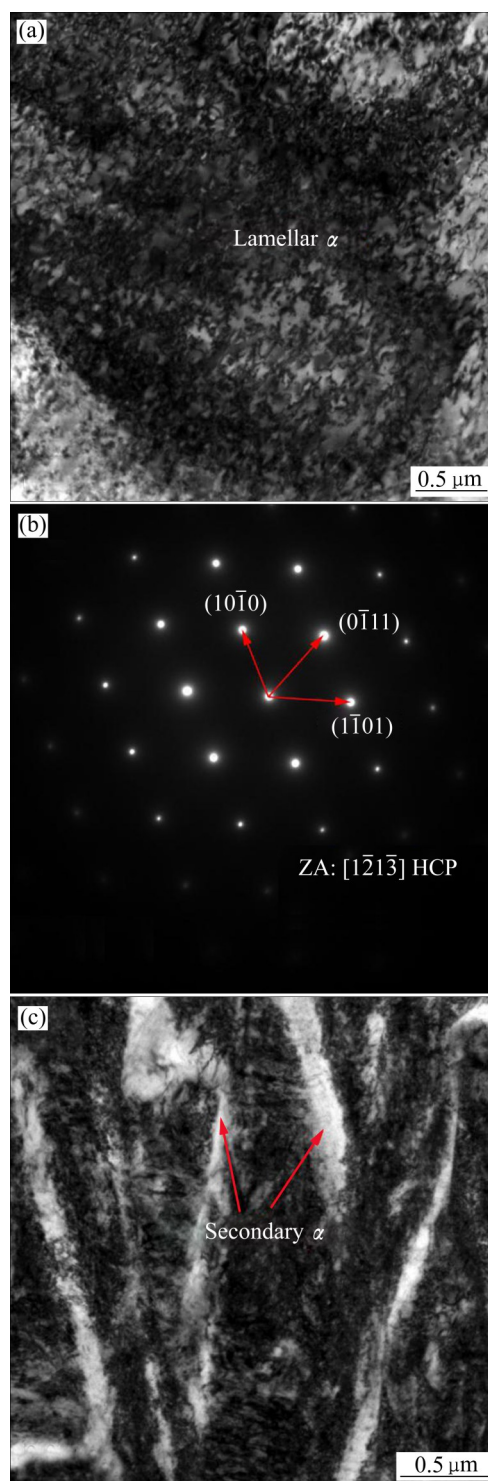


图7 ST920A450 样品拉伸后颈缩区的 TEM 像

Fig. 7 TEM images in necked region of ST920A450 tensile sample: (a) BF image within lamellar α interior; (b) Diffraction spots of lamellar α along $[1\bar{2}1\bar{3}]_{\alpha}$ zone axis; (c) BF image of β_T structures showing highly tangled dislocations piled up at α/β interface

形。同时显示的起伏位错形态, 暗示了变形过程中发生了频繁的交滑移。这些位错特征证明了片状 α

相在拉伸过程中具有良好的变形能力。与此同时,晶界 α 相也变得不连续,变形过程中位错很容易滑过或者穿过晶界,而不是塞积在连续晶界处,降低了背应力及应力集中,进而阻碍裂纹在晶界处过早地萌生及断裂。同时裂纹扩展穿过不连续晶界也变得困难,这也在一定范围内提高了塑性^[25-26]。

通常认为合金的强化机制主要包含固溶强化、晶界强化以及析出强化。而在钛合金这样两相组织中, α/β 两相界面强化是主要的强化机制^[16, 27]。ST920A450样品的屈服强度比挤压态样品高出244 MPa,一个合理的解释就是界面强化。ST920A450状态合金的片状 α 相占比27%, β 转变组织达73%,

而 β 转变组织中在后续时效期间生成数量众多的弥散纳米级次生 α 相,大大增加了 α/β 界面,如图4(b)所示。图7(c)所示为样品拉伸变形后颈缩区 β 转变组织的TEM像。由图可看出拉伸后的 β 转变组织显示了次生 α 相周围塞积了众多缠结位错,位错被塞积,有效滑移距离降低,屈服强度则快速提高。

为了进一步表征片状 α 相、 β 相及次生 α 相间变形后界面微观结构,图8(a)中红色矩形部分沿 $[2\bar{1}10]_\alpha$ 方向的高分辨图如图8(b)所示,其包含了 β 相与片状 α 相、次生 α 相取向关系。图8(c)为8(b)晶格衍射斑,图8(d)为衍射斑说明图。OBASI等^[9]发现钛合金的 β 相与 α 相满足伯格取向关系,即

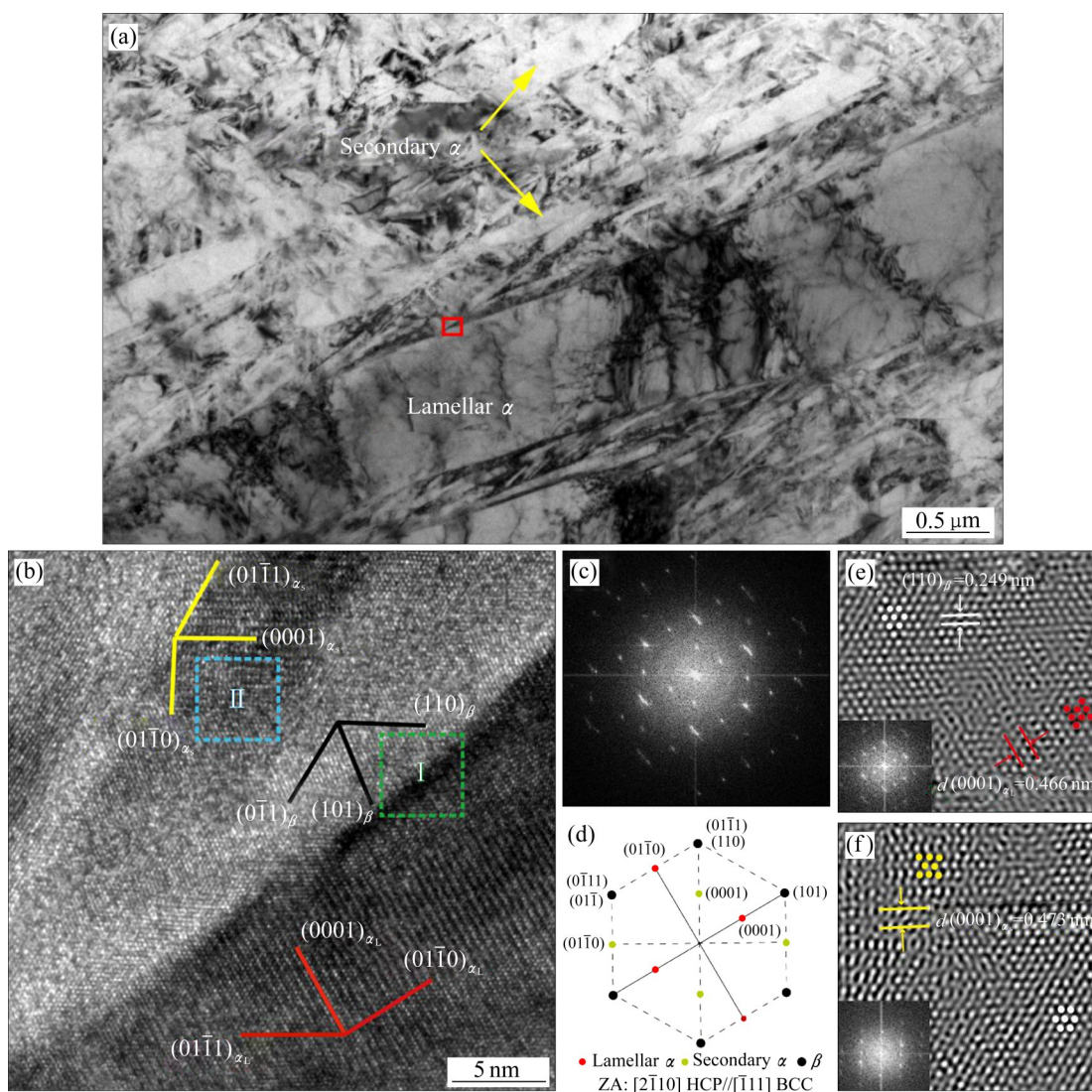


图8 ST920A450样品颈缩区显微组织

Fig. 8 Microstructures in necked zone of ST920A450 sample: (a) BF image showing lamellar α and secondary α ; (b) HRTEM image displaying orientation relationship between matrix β phase, lamellar α and secondary α viewed along $[2\bar{1}10]_\alpha$ zone axis; (c), (d) Corresponding FFT patterns of panel (b) and key diagram of panel (c); (e), (f) IFFT image of regions I and II in Fig. 8(a)

$\{0001\}_\alpha/\{101\}_\beta$ 和 $\langle 2\bar{1}10 \rangle_\alpha/\langle \bar{1}11 \rangle_\beta$,这是因为具有此种位向关系界面具有最低的总能量。而图8(b)中两相取向关系测量后发现界面有所偏转,片状 α 相的(0001)面和 β 相的(101)面间偏转角达到 7.41° ,次生 α 相的(0001)面和 β 相的(101)面间偏转角达到 1.01° 。造成界面偏转主要有如下三个原因:首先是拉伸过程中大程度变形造成界面剪切效应,而界面剪切则带来 α 与 β 相共格关系的破坏;其次,由于 α 与 β 两相硬度差异,在拉伸期间承受的应力应变有所差异,进而带来变形程度变化;最后,拉伸过程中产生大量位错,位错会造成晶格扭曲与畸变,这是造成界面偏转的另一个重要原因^[28-29]。TAN等^[30]认为当两个相邻晶粒或相之间存在良好的几何关系或适当的伯格矢量关系时,滑移传输行为容易发生。这是因为当相邻的 α/β 相间满足伯格矢量关系时, α 相的 $\{0001\}$ 面和 β 相的 $\{101\}$ 皆为HCP和BCC晶格密排面, $\langle 2\bar{1}10 \rangle_\alpha$ 、 $\langle \bar{1}11 \rangle_\beta$ 方向分别为其最密排方向,其是位错滑移的最佳滑移系,位错在此平面上滑移将受到最小阻碍。而在ST920A450样品中,片状 α 相(0001)面、次生 α 相(0001)面和 β 相(101)面在拉伸变形期间产生一定的偏转角,后续位错划过界面将变得更加困难,更易造成塞积,这也将极大地限制了位错的自由滑移长度。图8(e)及8(f)所示分别为图8(b)中区域I和II的反傅里叶变换,测量出 β 相的(110)面间距为0.249 nm,而片状 α 相和次生 α 相的(0001)面间距分别是0.466 nm与0.473 nm。同时可以明显看到周期HCP晶格被分成许多混杂的波带,FFT衍射斑也被扩展成小的衍射弧,以及衍射对比度的变化显示发生了严重的晶格畸变^[31]。从 β 相与片状 α 相及次生 α 相的界面处发现大量位错及晶格扭曲畸变等缺陷,这些现象都说明界面处经历了较大的塑性变形,位错滑移、反应、缠结、塞积在界面处,证实了上文所分析的界面及界面偏转将对位错穿过施加强大的阻碍,进而强度得到较大提升。

预拉伸后合金屈服强度大幅度提升,预拉伸量越大,屈服强度也越高。合金在920℃固溶后施加1.5%~3.5%的预拉伸,而后在450℃时效2 h,样品屈服强度都高于1200 MPa,相比于挤压态的屈服强度(820 MPa)提升了近46%,相对于固溶时效态样品也有较大地提高。同时3种状态样品强度逐级变化也印证了上文分析的预拉伸引入大量缺陷的结

论。对比所有状态样品后发现屈服强度随次生 α 相宽度下降而快速上升,说明次生 α 相宽度起到了关键作用。可以从图5(a)清楚地看到,预拉伸后合金 β 转变组织内含有大量纳米级次生 α 相,次生 α 相尺寸越细, α/β 相界面含量也越多,继而对位错滑移阻碍限制效果越明显,强度提升也越显著,同时ST920S2.5A450状态样品塑性随着强度提升下降较为明显。

3 结论

1) 高温固溶处理过程中,片状 α 相内高能的缠结位错通过滑移、攀移或者湮灭逐渐演变成位错网及位错阵列,进而形成亚晶。亚晶以及在三角界处形成的热沟槽一起造成片状 α 相断裂球化。

2) 固溶淬火以及预拉伸形变引入大量缺陷如位错、层错等,为后续时效过程次生 α 相析出提供形核位点,使次生 α 相数量增多,尺寸变小。

3) ST920A450样品获得较优的强度与塑性匹配,屈服强度及抗拉强度提升到1064 MPa和1256 MPa,强度提升来源于细小弥散次生 α 相对位错运动阻碍;伸长率为10.5%,来源于断续片状 α 相及不连续晶界 α 相的作用。

4) 预拉伸后屈服强度提升极其显著,ST920S2.5A450样品提升了近53%到达1260 MPa,但伸长率下降到4.8%。

REFERENCES

- [1] SCHUTZ R W, WATKINS H B. Recent developments in titanium alloy application in the energy industry[J]. *Materials Science and Engineering A*, 1998, 243(1): 305-315.
- [2] 刘强,惠松晓,宋生印,等. 油气开发用钛合金油井管选材及工况适用性研究进展[J]. *材料导报*, 2019, 33(5): 841-853. LIU Qiang, HUI Song-xiao, SONG Sheng-yin, et al. Materials selection of titanium alloy OCTG used for oil and gas exploration and their applicability under service condition: A survey[J]. *Materials Reports*, 2019, 33(5): 841-853.
- [3] LI R Z, FENG C, JIANG L, et al. Research status and development of titanium alloy drill pipes[J]. *Materials Science Forum*, 2019, 944: 903-909.
- [4] ZHANG S C, ZHANG B M, LI B L, et al. History of hydrocarbon accumulations spanning important tectonic

- phases in marine sedimentary basins of China: Taking the Tarim Basin as an example[J]. *Petroleum Exploration and Development*, 2011, 38(1): 1–15.
- [5] 裴智超, 熊春明, 常泽亮, 等. CO₂和H₂S共存环境下井筒腐蚀主控因素及防腐对策——以塔里木盆地塔中I气田为例[J]. *石油勘探与开发*, 2012, 39(2): 238–242.
- QIU Zhi-chao, XIONG Chun-ming, CHANG Ze-liang, et al. Major corrosion factors in the CO₂ and H₂S coexistent environment and the anticorrosion method: Taking Tazhong I gas field, Tarim Basin, as an example[J]. *Petroleum Exploration and Development*, 2012, 39(2): 238–242.
- [6] KANE R D, CRAIG B, VENKATESH A. Titanium alloys for oil and gas service: A review[J]. *NACE-International Corrosion Conference Series*, 2009.
- [7] XIAO Y, LIU H Q, YI D Q, et al. High-temperature deformation behavior of Ti-6Al-2Sn-4Zr-2Mo alloy with lamellar microstructure under plane-strain compression[J]. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2018, 27(9): 4941–4954.
- [8] 焦文鸿. 石油钻杆接头的疲劳分析[D]. 上海: 华东理工大学, 2013: 1–5.
- JIAO Wen-hong. Fatigue analysis of the oil drill pipe connection[D]. Shanghai: East China University of Science and Technology, 2013: 1–5.
- [9] OBASI G C, BIROSCA S, LEO PRAKASH D G, et al. The influence of rolling temperature on texture evolution and variant selection during $\alpha \rightarrow \beta \rightarrow \alpha$ phase transformation in Ti-6Al-4V[J]. *Acta Materialia*, 2012, 60(17): 6013–6024.
- [10] ZHAO Z, CHEN J, TAN H, et al. Achieving superior ductility for laser solid formed extra low interstitial Ti-6Al-4V titanium alloy through equiaxial α microstructure[J]. *Scripta Materialia*, 2018, 146: 187–191.
- [11] SABBAN R, BAHL S, CHATTERJEE K, et al. Globularization using heat treatment in additively manufactured Ti-6Al-4V for high strength and toughness[J]. *Acta Materialia*, 2019, 162: 239–254.
- [12] CHI G F, LIU H Q, YI D Q. Drastic improvement in elongation and impact toughness of Ti-Al-V-Mo-Zr alloy tube via three-step heat treatment[J]. *Materials Letters*, 2021, 284: 128925.
- [13] ZHAO H J, WANG B Y, JU D Y, et al. Hot tensile deformation behavior and globularization mechanism of bimodal microstructured Ti-6Al-2Zr-1Mo-1V alloy[J]. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, 2018, 28(12): 2449–2459.
- [14] WU H L, SUN Z C, CAO J, et al. Microstructure and mechanical behavior of heat-treated and thermomechanically processed TA15 Ti alloy composites[J]. *Journal of Materials Engineering and Performance*, 2019, 28(2): 788–799.
- [15] SONG Z Y, SUN Q Y, XIAO L, et al. Effect of prestrain and aging treatment on microstructures and tensile properties of Ti-10Mo-8V-1Fe-3.5Al alloy[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2010, 527(3): 691–698.
- [16] ZHU W G, LEI J, ZHANG Z X, et al. Microstructural dependence of strength and ductility in a novel high strength β titanium alloy with Bi-modal structure[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2019, 762: 138086.
- [17] LE K C, NGUYEN B D. Polygonization: Theory and comparison with experiments[J]. *International Journal of Engineering Science*, 2012, 59: 211–218.
- [18] ZHANG J H, JU H T, XU H S, et al. Effects of heating rate on the alloy element partitioning and mechanical properties in equiaxed $\alpha + \beta$ Ti-6Al-4V alloy[J]. *Journal of Materials Science & Technology*, 2021, 94: 1–9.
- [19] 张志强, 董利民, 胡明, 等. 冷却速率对TC16钛合金显微组织和力学性能的影响[J]. *中国有色金属学报*, 2019, 29(7): 1391–1398.
- ZHANG Zhi-qiang, DONG Li-min, HU Ming, et al. Effect of cooling rate on microstructure and mechanical properties of TC16 titanium alloy[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2019, 29(7): 1391–1398.
- [20] 朱宝辉, 曾卫东, 陈林, 等. 固溶时效工艺对Ti-6Al-6V-2Sn钛合金棒材组织及性能的影响[J]. *中国有色金属学报*, 2018, 28(4): 677–684.
- ZHU Bao-hui, ZENG Wei-dong, CHEN Lin, et al. Influences of solution and aging treatment process on microstructure and mechanical properties of Ti-6Al-6V-2Sn titanium alloy rods[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2018, 28(4): 677–684.
- [21] ZHANG X, KOU H C, LI J S, et al. Evolution of the secondary α phase morphologies during isothermal heat treatment in Ti-7333 alloy[J]. *Journal of Alloys and Compounds*, 2013, 577: 516–522.
- [22] DU Z X, XIAO S L, XU L J, et al. Effect of heat treatment on microstructure and mechanical properties of a new β high strength titanium alloy[J]. *Materials & Design*, 2014, 55: 183–190.
- [23] 张英东, 李阁平, 刘承泽, 等. TC11钛合金中 α'' 相和 α' 相的组织演变和显微硬度[J]. *材料研究学报*, 2019, 33(6): 443–451.
- ZHANG Ying-dong, LI Ge-ping, LIU Cheng-ze, et al. Microstructure evolution of α'' -phase and α' -Phase and microhardness of TC11 titanium alloy[J]. *Chinese Journal of Materials Research*, 2019, 33(6): 443–451.
- [24] 马权, 郭爱红, 周廉. Ti1023钛合金在时效过程中的组织演化及拉伸性能[J]. *中国有色金属学报*, 2019, 29(6): 1219–1225.
- MA Quan, GUO Ai-hong, ZHOU Lian. Microstructure evolution and tensile properties of Ti1023 titanium alloy during aging[J]. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 2019, 29(6): 1219–1225.
- [25] SAUER C, LÜTJERING G. Influence of α layers at β grain

- boundaries on mechanical properties of Ti-alloys[J]. Materials Science and Engineering A, 2001, 319: 393–397.
- [26] FOLTZ J W, WELK B, COLLINS P C, et al. Formation of grain boundary α in β Ti alloys: Its role in deformation and fracture behavior of these alloys[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2011, 42(3): 645–650.
- [27] SUN H, YU L M, LIU Y C, et al. Effect of heat treatment processing on microstructure and tensile properties of Ti-6Al-4V-10Nb alloy[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2019, 29(1): 59–66.
- [28] LI Y, OU X Q, NI S, et al. Deformation behaviors of a hot rolled near- β Ti-5Al-5Mo-5V-1Cr-1Fe alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2019, 742: 390–399.
- [29] ZHEREBTSOV S, SALISHCHEV G, LEE SEMIATIN S. Loss of coherency of the alpha/beta interface boundary in titanium alloys during deformation[J]. Philosophical Magazine Letters, 2010, 90(12): 903–914.
- [30] TAN C S, SUN Q Y, XIAO L, et al. Slip transmission behavior across α/β interface and strength prediction with a modified rule of mixtures in TC21 titanium alloy[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2017, 724: 112–120.
- [31] ZHU W G, LEI J, TAN C S, et al. A novel high-strength β -Ti alloy with hierarchical distribution of α -phase: The superior combination of strength and ductility[J]. Materials & Design, 2019, 168: 107640.

Impacts of solution aging treatment and prestretching on microstructure evolution and mechanical properties of Ti-5.5Al-2Zr-1Mo-2.5V alloy for petroleum pipe

WU Gui-cheng¹, LIU Hui-qun^{2,3}, FENG Chun⁴, LI Rui-zhe⁵, YI Dan-qing²

(1. School of Mechanical and Electrical Engineering, Central South University, Changsha 410083, China;

2. School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China;

3. State Key Laboratory of Powder Metallurgy, Central South University, Changsha 410083, China;

4. Tubular Goods Research Institute of CNPC, Xi'an 710065, China;

5. Department of Safety and Environment Supervision, Shaanxi Provincial Natural Gas Co., Ltd., Xi'an 710016, China)

Abstract: The influence of solution aging and pre-stretching aging on microstructure evolution and tensile properties of the extruded Ti-5.5Al-2Zr-1Mo-2.5V titanium alloy pipe was investigated. The results indicate that the tangled dislocations within the lamellar α phase evolves into dislocation arrays through movement and reaction, then forms into the subgrain boundary, and the thermal groove develops at the triangle boundary of the subgrain gave rise to the lamellar α phase breaking during the solid solution treatment. Meanwhile, a large quantity of defects introduced by quenching and pre-stretching become nucleation sites of the precipitation of secondary α phase during subsequent aging, which induces the increasing number and lower size of secondary α phase. After aging at 450 °C for 2 h, the yield strength of the quenching sample increases by 29% to 1064 MPa, and the elongation remains at 10.5%; while 2.5% pre-stretching brings about 53% increment of the yield strength, but the elongation decreases to 4.8%.

Key words: near alpha titanium alloy; solution and aging; pre-stretching; microstructure; strength and ductility

Foundation item: Project(2016ZX05020-002) supported by the National Science and Technology Major of China; Project (2018D-5010-08) supported by the Science and Technology Exploration of China National Petroleum Corporation

Received date: 2021-09-24; **Accepted date:** 2021-11-03

Corresponding author: LIU Hui-qun; Tel: +86-731-88836320; E-mail: liuhuiqun@csu.edu.cn

(编辑 龙怀中)