

## Ti-Nb-Ta-Zr-O 合金冷变形及再结晶组织

郭文渊, 孙 坚, 李晓玲, 吴建生

(上海交通大学 材料科学与工程学院, 上海 200240)

**摘 要:** 采用电子背散射衍射(EBSD)对 Ti-23Nb-0.7Ta-2Zr-1.2O(摩尔分数, %)合金的冷旋锻变形组织和退火组织进行了研究。结果表明: Ti-23Nb-0.7Ta-2Zr-1.2O 合金的变形组织中包含高密度的小角晶界, 合金具有与棒材轴向平行的强烈<110>丝织构; 在退火过程中, 合金中的小角晶界密度逐渐降低, 大角晶界数量逐渐增多并最终成为主要晶界; 在退火过程初期, 合金中出现了大量细小晶粒, 且随着退火时间的增加, 这些晶粒逐渐通过消耗变形组织长大, 晶粒取向逐渐分散, 表明 Ti-23Nb-0.7Ta-2Zr-1.2O 合金的再结晶通过传统的形核长大机制进行。

**关键词:** 钛合金; 再结晶; 显微组织; 织构

中图分类号: TG 146.2+3

文献标识码: A

## Microstructures of Ti-Nb-Ta-Zr-O alloy deformed and recrystallized

GUO Wen-yuan, SUN Jian, LI Xiao-ling, WU Jian-sheng

(School of Materials Science and Engineering, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China)

**Abstract:** The microstructures of Ti-23Nb-0.7Ta-2Zr-1.2O (mole fraction, %) alloy under cold-swaged and annealed condition were investigated by electron back-scattering electron diffractometry (BSD). The results show that the microstructures of Ti-23Nb-0.7Ta-2Zr-1.2O alloy deformed contain high density low angle grain boundaries, the alloy has distinctive <110> fiber texture paralleling the axial direction of stick. During annealing of the cold-swaged alloy, the low-angle grain boundaries gradually disappear and the high-angle grain boundaries become predominant. At early stage of annealing, the clusters of fine grains appear in the alloy. With the increase of the annealing time, those grains grow gradually at the expense of deformed microstructure. Meanwhile, the orientations of those grains gradually become dispersed, which indicates that the recrystallization of Ti-23Nb-0.7Ta-2Zr-1.2O alloy is achieved by the traditional mechanism of nucleation and growth of new grains.

**Key words:** titanium alloy; recrystallization; microstructure; texture

金属和合金的塑性变形主要通过位错滑移的方式进行, 此外还有孪生和扭折等变形方式。2003 年, 日本科学家研发出一种新型亚稳  $\beta$  钛合金 Ti-23Nb-0.7Ta-2Zr-1.2O(TNTZO)(摩尔分数, %)<sup>[1-5]</sup>。他们在合金的原位拉伸实验中发现合金通过沿最大剪切应力方向出现连续的平面错层方式进行塑性变形, 这种变形方式与晶体刚性滑移非常相似, 因此, 他们

认为 TNTZO 合金通过一种无位错机制进行塑性变形。无位错塑性变形机制最早由 KIRITANI 等<sup>[6-7]</sup>和 MATSUKAWA 等<sup>[8]</sup>于 1999 年提出, 用来解释在经过大变形的面心立方金属薄片中部分区域无位错的现象。关于无位错塑性变形机制是否存在目前还存在争议。SCHIØTZ 等<sup>[9]</sup>通过对初始无位错单晶铜的计算机模拟发现: 无论在何种变形条件下, 位错都会最终出

现并参与金属的变形。由此他们认为在原位拉伸实验中没有发现位错参与变形是因为位错以极快的速度扫出了观察区。通常金属和合金在以传统变形方式进行塑性变形的过程中会积累大量应变能, 并导致随后退火过程中回复和再结晶现象的产生, 且其回复和再结晶过程与位错的重新分布和无畸变新晶粒的形成密切相关。因此, 研究具有所谓无位错塑性变形机制的 TNTZO 合金的回复和再结晶显微组织具有重要意义。作者在前期工作中已对 TNTZO 合金的再结晶特性做了详细研究<sup>[10]</sup>。本研究主要采用电子背散射衍射 (EBSD) 对 TNTZO 合金的变形组织及其在再结晶退火过程中的组织演变进行了研究。

## 1 实验

实验用材料为直径为 4 mm 的冷旋锻态 TNTZO 合金棒材, 其变形量约为 90%。从合金棒上切取尺寸为  $d4 \text{ mm} \times 3.5 \text{ mm}$  的样品, 在箱式电阻炉(控温精度为  $\pm 1$ ) 中进行再结晶退火处理。退火温度为 800 , 保温时间分别为 10 min 和 30 min, 冷却介质为 15% 的 NaCl 水溶液。XRD 测试结果表明: 冷旋锻态和退火态 TNTZO 合金均为单相  $\beta$  组织(体心立方结构, 点阵常数为  $a = 0.328 \text{ nm}$ ), 不存在  $\alpha''$  马氏体相和  $\omega$  相等亚稳态组织。将冷旋锻态及退火态合金样品的横截面用砂纸打磨并电解抛光以去除样品表面的应变层。抛光用电解液为 6% 高氯酸+30% 正丁醇+64% 甲醇(体积分数, %) 溶液, 抛光电压为 30 V, 实验温度为  $-20$  。然后用配备 EDAX EBSD 系统的 JEOL JSM-6460 型扫描电子显微镜对上述样品表面进行了步长为  $0.1 \mu\text{m}$  的逐点扫

描, 并用 TSL OIM 软件对测得的 EBSD 数据进行分析, 重构出晶粒的取向成像。测试中把  $2^\circ \sim 15^\circ$  的晶界定义为小角度晶界, 大于  $15^\circ$  的晶界则定义为大角度晶界。

## 2 结果与讨论

冷旋锻态 TNTZO 合金的 BSD 分析结果如图 1 所示。EBSD 的成像质量与合金中的应变密切相关。由图 1 可看出, 由于经历了剧烈的冷变形, 冷旋锻态 TNTZO 合金中存在大量应变, 导致成像质量非常差, 因而在图 1(a) 的成像质量图中已经不能分辨出原始晶界, 只能观察到比较模糊的波纹状组织, 这种组织与文献中提到的由细小纤维状组织交织而成的大理石花纹状组织一致。由图 1(b) 的晶界网络结构图中可以看出, 合金中出现高密度的小角晶界(图中灰色线条代表小角晶界, 黑色线条代表大角晶界), 变形组织由大量亚微米级亚晶粒构成。冷旋锻态 TNTZO 合金在 800 退火 10 和 30 min 后的 BSD 分析结果分别如图 2 和 3 所示。由图 2 和 3 可看出, 在退火 10 min 合金样品的成像质量图中清晰地观察到了大量微米甚至亚微米级的小晶粒。在对应的晶界网络结构图中也可以看出, 这些小晶粒的晶界大部分都是大角晶界, 因此这些小晶粒是在退火过程中形成的再结晶晶粒。此外, 从图中还可以观察到合金中部分区域的小角晶界密度急剧降低, 也已不再连续。在 800 退火 30 min 后, 大部分再结晶晶粒已经开始长大, 小角晶界数量急剧减少, 但再结晶并未全部完成, 合金中仍然存在部分刚刚形核的晶粒和少量亚晶粒。

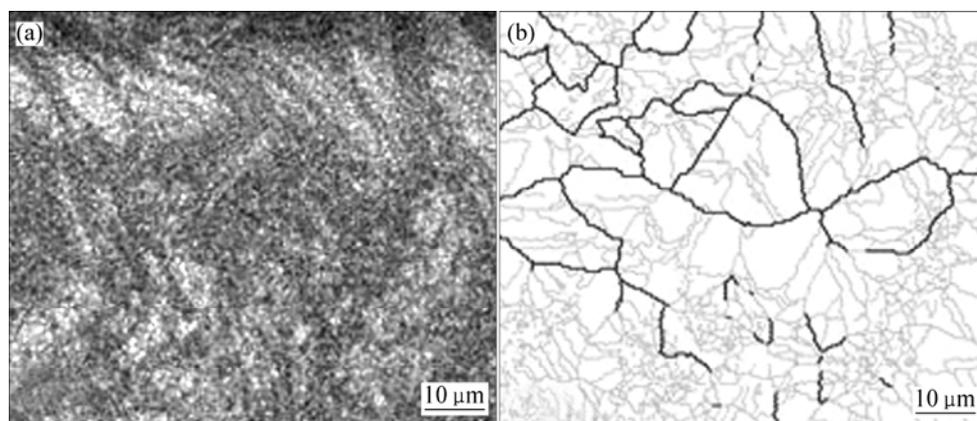


图 1 冷旋锻态 TNTZO 合金的 EBSD 分析结果

Fig.1 EBSD analyses results of cold-swaged TNTZO alloy: (a) Image quality map; (b) Grain boundary map

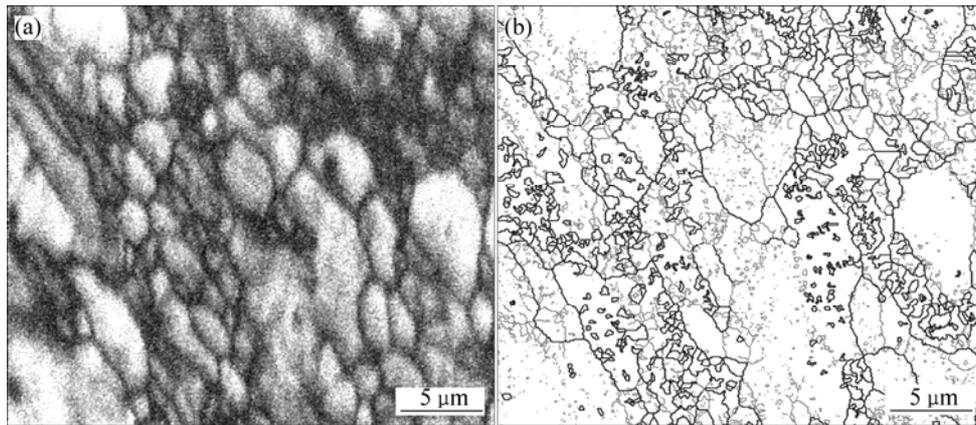


图2 在 800 °C 退火 10 min 的 TNTZO 合金的 EBSD 分析结果

Fig.2 EBSD analyses results of TNTZO alloy after annealing at 800 °C for 10 min: (a) Image quality map; (b) Grain boundary map

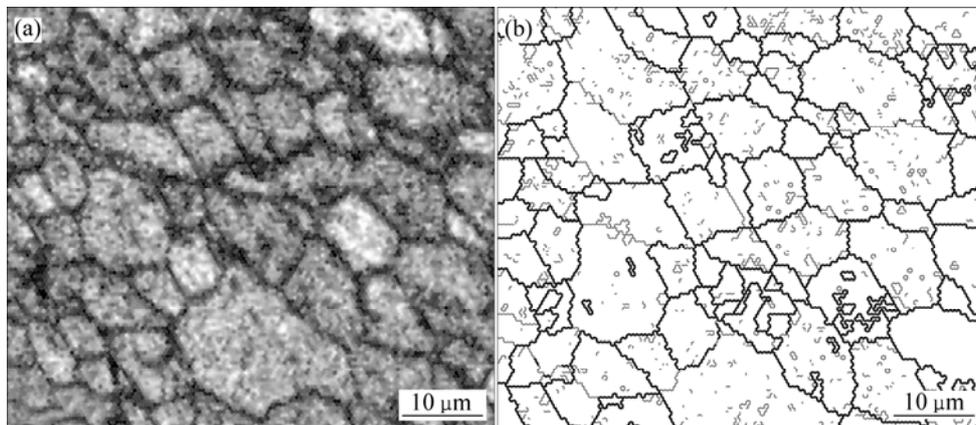


图3 在 800 °C 退火 30 min 的 TNTZO 合金的 EBSD 分析结果

Fig.3 EBSD analyses results of TNTZO alloy after annealing at 800 °C for 30 min: (a) Image quality map; (b) Grain boundary map

冷旋锻态 TNTZO 合金及其在 800 °C 退火不同时间后的取向差分布如图 4 所示。从图 4 中可看出，冷旋锻态 TNTZO 合金晶粒之间的取向差分布极不均匀，小角晶界约占晶界总数的 90%，大角晶界仅占 10%左右；退火 10 min 后，小角晶界所占比例降低了约 50%，大角晶界数量已经超过了小角晶界；退火 30 min 后，小角晶界仅占全体晶界数量的不到 5%，大角晶界成为主要晶界，此时的取向差已接近随机分布。

图 5 所示为冷旋锻态 TNTZO 合金及其在 800 °C 退火不同时间后的反极图。由图 5 可看出，冷旋锻态 TNTZO 合金显示出与棒材轴向平行的强烈<110>丝织构；退火 10 min 后，晶粒取向开始分散，但<110>丝织构仍然比较强烈；退火 30 min 后，<110>丝织构强度已经很弱，晶粒取向趋向于随机分布。

TNTZO合金在冷旋锻变形前的状态为固溶态，显微组织由直径 50~100 μm的单相β等轴晶粒构成。

KURAMOTO等<sup>[11]</sup>提出了一个TNTZO合金变形及亚晶形成的机制：在变形过程中，晶粒中首先沿某一晶向形成错层，随后沿错层分布极薄的局部扰动区起到与晶界类似的作用，并通过在其它晶向形成新错层来阻止剪切变形沿原错层方向继续进行，这些后形成的错层穿过先形成的错层从而把原始晶粒分割成数个亚晶粒。事实上，通过这种变形方式形成的大理石条纹状组织形貌与普通体心立方金属经典型拉拔或旋锻变形后的涡旋状组织形貌非常相似<sup>[12]</sup>。在普通体心立方金属中，涡旋状组织形貌的形成与晶粒处于平面应变条件有关，织物的形成与位错在{110}、{112}和{123}晶面上沿<111>密排晶向的交滑移或多滑移有关<sup>[13-14]</sup>。在[011]晶向平行于拉伸方向的体心立方晶体中，[111]和 $\bar{1}\bar{1}1$ 晶向是优先滑移方向，导致晶粒沿[011]晶向伸长并沿[100]方向收缩，而在 $0\bar{1}1$ 晶向既不伸长也不收缩，这样就使晶粒的变形被限制在 $(0\bar{1}1)$ 晶面上，

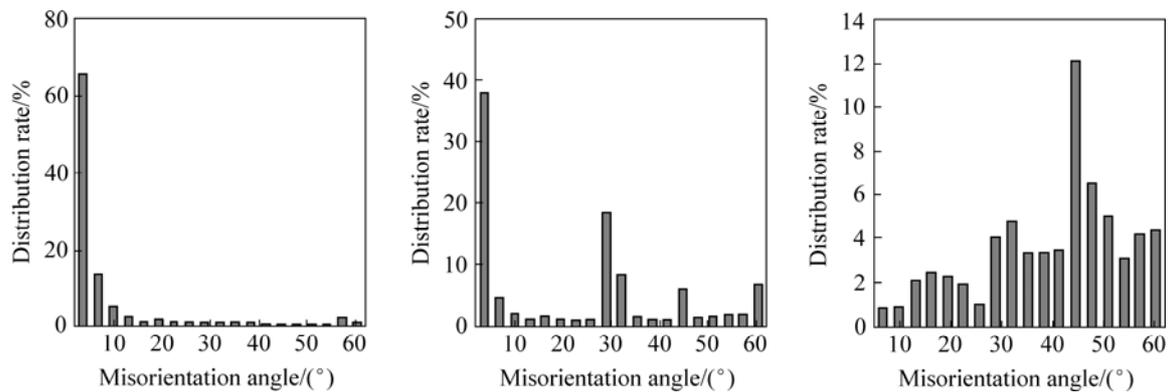


图 4 TNTZO 合金经 800 °C 退火不同时间的晶粒取向差分布

Fig.4 Distribution of misorientation angles in cold-swaged TNTZO alloy after annealing at 800 °C for different times: (a) 0 min; (b) 10 min; (c) 30 min

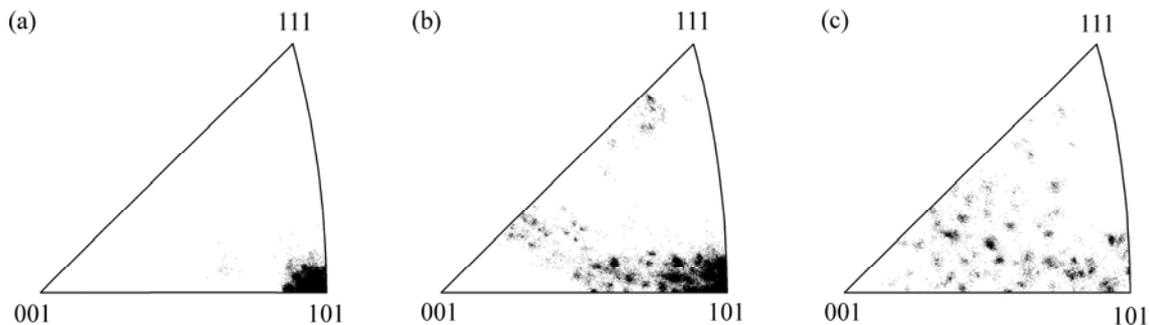


图 5 TNTZO 合金经 800 °C 退火不同时间的反极图

Fig.5 Inverse pole figures of cold-swaged TNTZO alloy after annealing at 800 °C for different times: (a) 0 min; (b) 10 min; (c) 30 min

即晶粒处于平面应变状态。处于平面应变状态的晶粒变形后将形成垂直于拉拔或旋锻轴向的椭圆形截面,同时与之相邻的具有不同位向的晶粒为了协调变形不得不扭曲并相互环绕,这样就形成了涡旋状组织<sup>[12]</sup>。扭曲晶粒中的位错密度随着变形程度的增加逐渐升高,最终形成位错胞壁并进一步演化成小角晶界,导致了高密度亚晶的出现<sup>[15]</sup>。变形后所有晶粒的[110]晶向都近似平行于拉拔或旋锻轴向,从而形成了典型的<110>丝织构。以上平面应变理论很好地解释了普通体心立方金属中<110>丝织构形成的原因,而无位错塑性变形机制却则无法解释冷旋锻态 TNTZO 合金形成的<110>丝织构的原因。

虽然在冷旋锻态 TNTZO 合金中没有清晰地观察到位错,但 XING 等<sup>[16]</sup>在 800 °C 退火 5 min 的 TNTZO 合金中观察到了多边形化现象,表明合金的回复过程与普通金属的回复过程相似,位错通过滑移和攀移进

行重排形成了亚晶界,由此推断 TNTZO 合金在变形过程中产生了大量位错。一般来说,小角晶界的比例与应变几乎呈线性关系<sup>[17]</sup>,因此,小角晶界数量的变化与合金的再结晶进程密切相关。随着退火时间的增加, TNTZO 合金中小角晶界的数量急剧减少,大角晶界比例迅速增加;同时合金中的应变也迅速降低,晶粒取向开始分散,<110>织构逐渐减弱。这意味着合金通过形核长大机制进行再结晶,新形成的无畸变再结晶晶粒取代了变形组织并具有与形变晶粒完全不同的取向,即再结晶晶粒的形核和长大是随机的,并不遵循定向形核和定向长大机制。TNTZO 合金的变形存在不均匀性,细小纤维状组织附近是合金畸变最严重的区域,再结晶形核优先在此区域发生。上述分析表明:冷旋锻态 TNTZO 合金在再结晶过程中的组织演化与普通体心立方金属的一致,因而认为 TNTZO 合金仍是通过传统的位错滑移机制进行塑性变形,而不是通过

所谓的无位错机制进行塑性变形。

### 3 结论

1) 冷旋锻态 TNTZO 合金组织中存在大量形变亚结构,合金具有明显的 $\langle 110 \rangle$ 丝织构,这与普通体心立方金属的拉拔或旋锻组织及织构组分一致。

2) TNTZO 合金的再结晶通过形核长大机制进行,再结晶晶粒不具有明显的择优取向。

### REFERENCES

- [1] SAITO T, FURUTA T, HWANG J, KURAMOTO S, NISHINO K, SUZUKI N, CHEN R, YAMADA A, ITO K, SENO Y, NONAKA T, IKEHATA H, NAGASAKO N, IWAMOTO C, IKUHARA Y, SAKUMA T. Multifunctional alloys obtained via a dislocation-free plastic deformation mechanism[J]. *Science*, 2003, 300(5618): 464–467.
- [2] SAITO T, FURUTA T, HWANG J, KURAMOTO S, NISHINO K, SUZUKI N, CHEN R, YAMADA A, ITO K, SENO Y, NONAKA T, IKEHATA H, NAGASAKO N, IWAMOTO C, IKUHARA Y, SAKUMA T. Multi functional titanium alloy “GUM METAL”[J]. *Mater Sci Forum*, 2003, 426/432(1): 681–688.
- [3] HWANG J, KURAMOTO S, FURUTA T, NISHINO K, SAITO T. Phase-stability dependence of plastic deformation behavior in Ti-Nb-Ta-Zr-O alloys[J]. *J Mater Eng Perform*, 2005, 14(6): 747–754.
- [4] FURUTA T, KURAMOTO S, HWANG J, NISHINO K, SAITO T. Elastic deformation behavior of multi-functional Ti-Nb-Ta-Zr-O alloys[J]. *Mater Trans JIM*, 2005, 46(12): 3001–3007.
- [5] GUTKIN M, ISHIZAKI T, KURAMOTO S, OVID’KO I. Nanodisturbances in deformed gum metal[J]. *Acta Mater*, 2006, 54(9): 2489–2499.
- [6] KIRITANI M, SATOH Y, KIZUKA Y, ARAKAWA K, OGASAWARA Y, ARAI S, SHIMOMURA Y. Anomalous production of vacancy clusters and the possibility of plastic deformation of crystalline metals without dislocations[J]. *Philos Mag Lett*, 1999, 79(10): 797–804.
- [7] KIRITANI M. Dislocation-free plastic deformation under high stress[J]. *Mater Sci Eng A*, 2003, 350(1/2): 1–7.
- [8] MATSUKAWA Y, YASUNAGA K, KOMATSU M, KIRITANI M. Dynamic observation of dislocation-free plastic deformation in gold thin foils[J]. *Mater Sci Eng A*, 2003, 350(1/2): 8–16.
- [9] SCHIØTZ J, LEFFERS T, SINGH B. Dislocation nucleation and vacancy formation during high-speed deformation of fcc metals[J]. *Philos Mag Lett*, 2001, 81(5): 301–309.
- [10] GUO W Y, XING H, SUN J, LI X L, WU J S, CHEN R. Evolution of microstructure and texture during recrystallization of the cold-swaged Ti-Nb-Ta-Zr-O alloy[J]. *Metall Mater Trans A*, 2008, 39(3): 672–678.
- [11] KURAMOTO S, FURUTA T, HWANG J, NISHINO K, SAITO T. Plastic deformation in a multifunctional Ti-Nb-Ta-Zr-O alloy[J]. *Metall Mater Trans A*, 2006, 37(3): 657–662.
- [12] HUPALO M F, PADILHA A F, SANDIM H R Z, KLIAUGA A M. Cold swaging, recovery and recrystallization of oligocrystalline INCOLOY MA 956-Part I: Deformed state[J]. *ISIJ Int*, 2004, 44(11): 1894–1901.
- [13] HOSFORD W. Microstructural changes during deformation of [011] fiber-textured metals[J]. *Trans TMS-AIME*, 1964, 230(1): 12–15.
- [14] 张信钰. 金属和合金的织构[M]. 北京: 科学出版社, 1976: 91. ZHANG Xin-yu. Textures in metals and alloys[M]. Beijing: Science Press, 1976: 91.
- [15] 卢秋虹, 赵伟松, 隋曼龄, 李斗星. 液氮温度下动态塑性形变法制备的纳米孪晶铜结构的研究[J]. *金属学报*, 2006, 42(9): 909–913. LU Qiu-hong, ZHAO Wei-song, SUI Man-ling, LI Dou-xing. Microstructures of nano-twin structured Cu produced by dynamic plastic deformation at liquid nitrogen temperature[J]. *Acta Metall Sin*, 2006, 42(9): 909–913.
- [16] XING Hui, GUO Wen-yuan, SUN Jian. TEM observations of substructure of the partially-recrystallized Ti-23Nb-0.7Ta-2Zr-O alloy[J]. *Trans Nonferrous Met Soc China*, 2007, 17(6): 1456–1458.
- [17] RANDLE V. Application of electron backscatter diffraction to grain boundary characterization[J]. *Int Mater Rev*, 2004, 49(1): 1–11.

(编辑 李艳红)