文章编号:1004-0609(2010)05-0859-07

# 纯Mo棒在镦粗过程中的织构和组织对其横向塑性的影响

谭望,陈畅,汪明朴,贾延琳,夏福中,夏承东

(中南大学 材料科学与工程学院,长沙 410083)

摘 要:对锻造纯 Mo 棒进行不同变形量的镦粗加工,观察其在此过程中的室温横向弯曲性能和织构演变。结果 表明:锻造变形 85%的纯 Mo 棒的横向弯曲伸长率仅为 0.5%,经镦粗变形其横向塑性得到提高;镦粗变形 50% 和 85%后,伸长率分别达到 1.5%和 5.0%,其原因是在纯 Mo 棒中形成的纵向伸长的纤维组织被横向扭曲,且晶 粒间相互穿插,这种组织由<011>织构的组织演变而来;锻造 Mo 棒中形成<011>纤维织构,这种织构对 Mo 棒的 横向塑性不利,经镦粗变形,<011>纤维织构转变为<001>和<111>纤维织构;锻态 Mo 棒的断裂方式为沿晶断裂, 镦粗变形后,断裂方式主要为穿晶断裂;断口还发现有"分层韧化"现象出现。 关键词:纯 Mo 棒;镦粗;横向塑性;织构;沿晶断裂;穿晶断裂 中图分类号:TG146.4<sup>+</sup>12 文献标志码:A

# Effects of texture and microstructure on transverse ductility of pure molybdenum bars in upset process

TAN Wang, CHEN Chang, WANG Ming-pu, JIA Yan-lin, XIA Fu-zhong, XIA Cheng-dong

(School of Materials Science and Engineering, Central South University, Changsha 410083, China)

**Abstract:** The transverse elongations and textures of pure molybdenum bars manufactured by upset with different amounts of deformation were investigated at room temperature. The results show that the transverse elongation of the forged Mo bars with 85% deformation is 0.5%, which is greatly improved by the upset process. By upset with 50% and 85% deformations, the transverse elongations of the bars are only 1.5% and 5.0%, respectively, because the fiber structures in the longitudinal direction are distorted along with the transverse direction and interpenetrate each other, and these structures are developed from <011> fiber; which has a bad effect on the transverse ductility of the forged Mo bars. After the upset deformation, the fiber texture of <011> changes to <001> and <111>. The fracture mode changes from intergranular to a transgranular and shows a ductile laminate fracture mechanism.

Key words: pure molybdenum bar; upset; transverse ductility; texture; intergranular fracture; transgranular fracture

体心立方过渡族金属,如V、Cr、Fe、Nb、 Mo、 Ta 和 W,除了 Ta,其余都表现出塑脆转变现象。 Mo 相的塑脆转变温度接近室温,通常在室温时塑性 很差<sup>[1-3]</sup>。因此,国内外对 Mo 及 Mo 合金的塑性行为 进行了大量的研究。以前对 Mo 及 Mo 合金的研究大 部分都是有关纵向塑性的,并且 Mo 的纵向塑性已经 得到很大的改善,但是 Mo 合金在横向上总是表现出 极差的塑性,通常横向的伸长率几乎为零<sup>[4-6]</sup>。Mo 合 金极差的横向塑性已经限制了 Mo 合金应用于航空航 天上的组成部件,如轴瓦、垫圈、轮缘、螺母、套筒 轴、活塞。研究发现,Mo 的本征脆性主要受到杂质、 中间相、制备方法和热处理工艺等的影响。一方面, 在 Mo 中添加一定量的其他合金元素,如 C、B、K、 Si、Al、Ti、Zr、Re 和稀土元素,是改善 Mo 合金塑

基金项目:国家高技术研究发展计划资助项目(2006AA03Z517);湖南省自然科学基金资助项目(05JJ30095)

收稿日期:2009-10-22;修订日期:2010-01-21

通信作者:汪明朴,教授;电话:0731-88830264;E-mail:chench011-33@163.com

性的有效方法<sup>[7-10]</sup>。例如,利用C与O之间的强结合 能,添加C来抑制O向晶界的偏聚,当C与O的 摩尔比为2:1时,高纯Mo表现出较好的塑性<sup>[6-7,11]</sup>。 研究<sup>[11-12]</sup>发现,在Mo中添加适量的C,可以将Mo 棒横向弯曲的伸长率提高到10%。另一方面,通过提 高Mo棒的纯度,采用合理的热处理工艺也能制备出 高塑性Mo棒。前期研究<sup>[13-14]</sup>发现,对Mo棒镦粗能 大幅度改善Mo及Mo合金的横向塑性,这主要是由 于在镦粗过程中形成了有利于Mo合金横向塑性的组 织和织构。早期对Mo及Mo合金的织构的研究主要 集中在Mo合金板材上,如OERTEL等<sup>[15]</sup>系统地研究 了不同轧制方式对Mo板塑性的影响。到目前为止,有关Mo 及Mo合金棒材的织构研究鲜见报道。

为此,本文作者对采用镦粗工艺制备出的高横向 塑性 Mo 棒的性能和组织的变化以及织构演变进行研 究,以期了解该工艺对纯 Mo 棒横向塑性的影响。

# 1 实验

镦粗纯 Mo 棒的制备工艺: Mo 粉经 200 MPa 等 静压、2 173 K 高温烧结 4 h,得到直径为 45 mm 的 Mo 棒坯;在1 573~1 373 K 镦粗 50%,在1 573~1 373 K 模锻至原来的直径(45 mm),每道次的模锻变形量为 10%左右,此工艺重复 3 次; 然后,在1 573~1 373 K 锻成直径为 18 mm 的 Mo 棒,再将直径为 18 mm 的棒 材截成长为 50 mm 的小段;最后,经1 373 K 镦粗至 50%和 85%。

纯 Mo 棒的室温横向塑性通过自制的弯曲模具测 量,具体的原理<sup>[14]</sup>如图 1(a)所示。将待测的试样沿棒 的横截面方向切割成 15 mm×4 mm×2 mm的 Mo条, 取样方式如图 1(b)所示。弯曲模具的凹圆弧形模块(下 模冲)的直径分别为 1 000.00、400.00、200.00、133.33、 100.00、66.67、50.00、33.33、25.00、20.00、12.50、 10.00、8.00 mm,凸圆弧形模块(上模冲)的直径分别为 1000.00、400.00、200.00、133.33、100.00、66.67、50.00、 33.33、25.00、20.00、12.50、10.00、8.00 mm。将待 测试样放入下模冲中,压上上模冲,缓慢加压使 Mo 条弯曲,并与下模冲内表面完全吻合。将在上述过程 中没有出现裂纹的 Mo 条再依次放入 *R* 值(上、下模冲 的曲率半径)较小的下模冲模中,重复上述过程,直到 Mo 条在某一个 *R* 值下断裂为止,记下断裂时的 *R* 值, 此时的伸长率可由下式计算得出:

$$\delta = \frac{2\pi (R + \frac{d}{2}) - 2\pi R}{2\pi R} = \frac{d}{2R} \tag{1}$$

式中: $\delta$ 为伸长率;d为试样的厚度;R为上、下模冲的曲率半径。



图 1 样品弯曲实验的示意图及取样方式<sup>[14]</sup>



金相显微组织观察在 LeicaEC3 光学显微镜上进 行。弯曲断口分析在 Serion-200 场发射扫描电镜上进 行。极图测量采用反射法,在大型 X 射线衍射织构仪 Bruker D8 Discover 上进行。本实验通过测定棒材横截 面的 {011}、 {002}和{112} 3 个不完整极图(极图测量 范围: $\alpha$ =0~75°, $\beta$ =0~360°),由实测值算得极密度  $\hat{\rho}(\alpha, \beta)$ ,再进行归一化处理后得到真实极密度 $\rho(\alpha, \beta)$ 。极图数据经修正和对称(立方正交对称性)处理后, 采用 Bunge 球谐函数分析与级数展开法即可计算相应 的取向分布函数(ODF),将  $C_1^{nm}$ 系数表示至  $l_{max}=22$ , 并利用计算机绘制反极图。

# 2 结果与分析

2.1 横向弯曲性能

将锻造变形 85%的纯 Mo 棒分别镦粗变形 50%和

85%,在棒的横截面上截取 Mo 条(15 mm × 4 mm × 2 mm),然后在室温下进行弯曲实验,直到 Mo 条断裂为止,记下断裂时的 R 值,将 R 值通过式(1)转换为伸长率( $\delta$ ),结果列于表 1 中。普通锻造变形 85%的 Mo 棒(直径为 18 mm)的横向弯曲伸长率仅为 0.5%,纯 Mo 棒镦粗变形后塑性都得到大幅度提高。镦粗变形 50%后 Mo 棒的伸长率达到 1.5%;而镦粗变形 85%后 Mo 棒的伸长率达到 5.0%。由此可以看出,镦粗工艺能增强 Mo 棒的横向弯曲性能,且镦粗变形量越大,横向弯曲性能越好。

#### 2.2 金相显微组织

为了了解 Mo 棒镦粗后弯曲性能变化的原因,对 锻造变形 85%的 Mo 棒和镦粗变形后的 Mo 棒的金相 显微组织进行对比分析。图 2 所示为锻态和镦粗变 
 Table 1
 Bending properties of pure molybdenum

Condition	<i>R</i> /mm	$\delta$ /%
Forged with 85% deformation	200.0	0.5
Upset with 50% deformation	66.7	1.5
Upset with 85% deformation	20.0	5.0

形 50%和 85% Mo 棒的金相显微组织。由图 2(a)和(b) 可以看出:锻造变形 85%后,锻态的纯 Mo 棒的横向 晶粒大小不一,但是形状比较规则;纵向基本形成了 纤维组织,且纤维比较粗大。对纯 Mo 棒进行镦粗 50% 变形后,其纵、横向金相组织均变化较大。由图 2(c) 和(d)可见:横向晶粒扭曲程度加重,形状变得很不规 则,边界变得不很明晰,这使得晶界处形成的裂纹不 易于扩展,对 Mo 棒的横向塑性有改善作用;纵向晶



#### 图 2 不同状态下纯 Mo 棒的显微组织

**Fig.2** Microstructures of pure molybdenum bars under different conditions: (a) Forge with 85% deformation, transverse; (b) Forge with 85% deformation, longitudinal; (c) Upset with 50% deformation, transverse; (d) Upset with 50% deformation, longitudinal; (e) Upset with 85% deformation, transverse; (f) Upset with 85% deformation, longitudinal

粒之间相互穿插程度较为严重,拉长的晶粒边界也并 不明显。镦粗 Mo 棒的这种组织是由锻造过程中的 <011>织构的组织演变过来的<sup>[16]</sup>,下面的织构分析可 以证明这一论点。由图 2(e)和(f)可见:横向的金相组 织与镦粗 50%的类似,只是横向晶粒变形更严重,晶 界变得更模糊,而在纵向形成了扭曲的纤维组织,并 且纤维间相互穿插,这种组织大大地强化了晶粒界面 之间的结合力,可见变形量的增加既有利于纯 Mo 棒 变形得更加彻底,组织变得更加均匀,同时也可以提 高纯 Mo 棒的致密度,从而改善其横向塑性。

#### 2.3 镦粗过程中的织构演变

图 3 所示为实验测得的不同加工态的 Mo 棒横截 面的恒 φ<sub>1</sub> 的 ODF 截面图。由图 3(a)可以看出,锻态 Mo 棒的织构组分主要有(011)[100]、(011)[110]和 (011)[110] 3 种。由图 3(b)可以看出,镦粗变形 50% 后,主要形成了(001)[100]、(010)[100]、(001)[010]、 (100)[010]和(111)[110]5 种织构。这说明在锻态时, 沿着棒的轴向主要形成<011>纤维织构,而镦粗变形 后,主要形成<001>和<111> 2 种纤维织构,这种纤维 织构类型与体心立方金属拉丝形成的纤维织构类似。 当镦粗变形量达 85%时,由图 3(c)可以看出,形成的 织构组分与镦粗变形 50%的一致,只是<001>和<111> 2 种纤维织构都进一步被增强。

为了更加直观地看出横断面上纤维织构的变化, 还绘制了横截面的法线方向反极图(见图 4)。由图 4(a) 可以看出,锻态纯 Mo 棒中主要是{011}面平行于横截 面,{011}<uvw>织构的极密度强度达到 4.06,而 {001}<uvw>织构的极密度强度为 2.42,{111}<uvw> 织构的极密度强度为 0.87;当镦粗变形 50%时,由图 4(b)可以看出,{011}<uvw>织构的极密度强度增大到 2.51, {111}<uvw>织构的极密度强度增大到 2.51, {111}<uvw>织构的极密度强度增大到 1.87;当镦粗变 形 85%时,由图 4(c)可以看出,{011}<uvw>织构的极密度强度 增大到 4.51,{111}<uvw>织构的极密度强度增大到 5.01。

表 2 所示为纯 Mo 棒的横截面法线在不同加工状态下不同取向的取向密度。由表 2 可以更加明显地看出:在镦粗变形过程中,<011>纤维织构向<001>和<111>纤维织构转变;其中,在镦粗变形为 50%时,<001>纤维织构的取向密度变化不大,而向<111>纤维织构转变的趋势较大,镦粗变形 85%后,<001>和<111> 纤维织构的取向密度都增大较多,这可能是镦粗纯Mo 棒的横向塑性更好的主要原因。



图 3 不同加工状态下纯 Mo 棒织构的 ODF 图

**Fig.3** ODF patterns of pure molybdenum bars under different conditions: (a) Forged; (b) Upset with 50% deformation; (c) Upset with 85% deformation

# 3 结果与讨论

由于 Mo 的晶体点阵为体心立方结构,体心立方 晶格的密排方向是<111>,但它并没有最优的密排面,



图 4 不同加工状态下纯 Mo 棒横截面法向的反极图以及取 向密度随镦粗变形量变化的曲线

**Fig.4** Inverse pole figures of pure molybdenum bars under different conditions and relationship between orientation density and reduction amount by upset: (a) Forged; (b) Upset with 50% deformation; (c) Upset with 85% deformation

因此滑移可以在任何包含<111>密排方向的密排面上 滑移。通常,{011}和{112}面族是最普遍的滑移面。 室温时,通过 FS(Finnis-Sinclair)模型得出 Mo 中的螺 位错滑移面为{011}<sup>[17]</sup>。当位错优先在{011}平面上滑 表 2 不同状态下纯 Mo 条的不同取向的取向密度

Table 2Orientationdensitiesalongwithdifferentorientations of pure Mo bars under different conditions

Condition	<011>	<100>	<111>
Forged with 85% deformation	4.06	2.42	0.87
Upset with 50% deformation	1.46	2.51	1.57
Upset with 85% deformation	0.87	4.51	5.01

移时, Schmid 定律就会给定这个<111>晶带轴的 3 个 {011}平面,使位错滑移所施加的应力(σ<sub>ij</sub>)可以确定 为<sup>[18]</sup>

 $\sigma_{ij}S_{ij} = \tau_{\rm PN}$  (*i*, *j*=1, 2, 3) (2)

式中: $\tau_{PN}$ 为 Peierls 力;  $S_{ij}$ 为该平面的 Schmid 因子。 当所施加的应力为纯切应力时,式(2)可以简化为

 $\sigma = \tau_{\rm PN} / \cos \chi$ 

(3)

式中: $\chi$ 是指最大分切应力平面与最近的 $\{011\}$ 平面之间的夹角。

图 5 所示为纯 Mo 棒在镦粗过程中晶格点阵旋转 示意图。在锻造的 Mo 棒中, {011}面平行于横截面, 当沿着 Mo 棒的横向拉伸时, {011}面的 Schmid 因子 为 0, 位错很难滑移,这时合金的屈服强度增高。当 位错在晶界处塞积时,必将在晶界处造成很大的应力 集中,由于 Mo 的晶界结合强度不高,特别是晶界上 存在杂质氧的时候,这种大的应力集中会导致裂纹在 晶界处萌生并沿晶界扩展,形成沿晶断裂,在这种断 裂方式下,合金的塑性很差。锻造的 Mo 棒经镦粗变 形后, {011}面与横截面成 45°或 35.27°的夹角,此时 {011}面的 Schmid 因子很大,位错比较容易开动,屈 服强度下降,因此合金的断裂方式将会由沿晶断裂转 变为穿晶断裂。

图 6 所示为纯 Mo 棒锻态和镦粗变形 85%后的室 温横向弯曲断口形貌。从图 6(a)可以看出:锻态纯 Mo 棒的横向弯曲断口是典型的沿晶断裂,断口非常光滑, 为脆性断裂;而镦粗变形 85%后,如图 6(b)所示,断 口明显变为以穿晶断裂为主,具有明显的河流状花样 和解理台阶。此外,除了有穿晶解理台阶外,解理面 上还伴有大量塑性变形的撕裂岭,可见金属在断裂前 经过大量的塑性变形,而不是直接发生脆断。仔细观 察图 6(b)可以看到,镦粗 Mo 棒弯曲断口不平整,有 "分层韧化"的现象出现,其详细断裂机制可参看文 献[14]。另外,在锻态 Mo 棒的断口上还留下了一些 孔隙,而镦粗变形后,在断口上几乎看不到明显的孔 隙,这说明镦粗后 Mo 棒的致密度得到了进一步



#### 图 5 镦粗过程中晶格旋转示意图

Fig.5 Schematic diagrams of lattice rotation during upsetting process



#### 图 6 纯 Mo 棒横向弯曲的典型断口形貌

Fig.6 Morphologies of typical transverse bending fractures for pure molybdenum bars: (a) Forged; (b) Upset with 85% deformation

改善,这也可能是镦粗 Mo 棒塑性提高的另一原因。

### 3 结论

1) 锻造变形 85%的纯 Mo 棒横向弯曲伸长率仅为 0.5%, 镦粗变形后其横向塑性得到提高。镦粗变形 50%和 85%后,伸长率分别达到 1.5%和 5.0%,这是 因为纯 Mo 棒中形成了沿纵向伸长的纤维组织被横向 扭曲,且晶粒间相互穿插,这种组织使得晶界处形成 的裂纹不易于扩展。

2) 锻造 Mo 棒中形成了<011>纤维织构,这种织 构对 Mo 棒的横向塑性不利。在镦粗变形过程中, <011>纤维织构向<001>和<111>纤维织构发生转变,这 种织构的演变有利于 Mo 棒横向塑性的提高。

3) 锻态 Mo 棒的断裂方式为沿晶断裂。镦粗变形
 后,其断裂方式主要为穿晶断裂,并伴有"分层韧化"
 的现象出现。

#### REFERENCES

- JOHNSON A A. The ductile-brittle transition in body-centred cubic transition metals[J]. Philos Mag, 1962, 74: 177–196.
- [2] WRONSKI A S, CHILTON A C, GAPRON E M. The ductile-brittle transition in polycrystalline[J]. Acta Metall, 1969, 17: 751-755.
- [3] PASSMORE E M. Correlation of temperature and grain size effects in the ductile-brittle transition of molybdenum[J]. Philos Mag, 1965, 111: 441–450.
- [4] KUMAR A, EYRE B L. Grain boundary segregation and intergranular fracture in molybdenum[J]. Proceedings of the Royal Society of London, 1980, A370: 431–458.
- [5] WADSWORTH J, MORSE G R, CHEWEY P M. The microstructure and mechanical properties of a welded molybdenum alloy[J]. Mater Sci Eng, 1983, 59: 257–273.
- [6] WADSWORTH J, PACKER C M, CHEWEY P M, COONS W C. A microstructure investigation of the origin of brittle behavior in the transverse direction in Mo-based alloy bars[J]. Metall

第20卷第5期

Trans A, 1984, 15: 1741-1752.

- HIRAOKA Y, HIROKI I, TAKESHI I. Application of fractography to the study of carbon diffusion in molybdenum[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2004, 377: 127–132.
- [8] AGNEW S R, LEONHARDT T. The low-temperature mechanical behavior of molybdenum-rhenium[J]. JOM, 2003, 55(10): 25–29.
- [9] HIRAOKA Y, OGUSU T, YOSISIZAWA N. Decrease of yield strength in molybdenum by adding small amounts of group VIII elements[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2004, 381: 192–196.
- [10] INOUE T, HIRAOKA Y, SUKEDAI E. Hardening behavior of dilute Mo-Ti alloys by two-step heat-treatment[J]. Int J Refract Met Hard Mater, 2007, 25: 138–143.
- [11] 陈 畅, 汪明朴, 谭 望, 郭明星, 张 娟, 白 超. Mo-C 棒的 横向弯曲性能[J]. 中南大学学报: 自然科学版, 2009, 40(1): 129-134.
  CHEN Chang, WANG Ming-pu, TAN Wang, GUO Ming-xing, ZHANG Juan, BAI Chao. Transverse bending property of molybdenum-carbon bars[J]. Journal of Central South University: Science and Technology, 2009, 40(1): 129-134.
- [12] 陈 畅, 汪明朴, 谭 望, 郭明星, 张 娟, 金 鹏. C 含量对 Mo-C 棒横向弯曲性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2009, 19(2): 265-271.

CHEN Chang, WANG Ming-pu, TAN Wang, GUO Ming-xing, ZHANG Juan, JIN Peng. Effect of C content on transversal

bending property of molybdenum-carbon bars[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2009, 19(2): 265–271.

- [13] TAN Wang, GUO Ming-xing, CAO Ling-fei, SHEN Kun, WANG Ming-pu. The annealing characteristics of pure molybdenum bars manufactured by a modified technique[J]. Journal of Alloys and Compounds, 2008, 462: 386–391.
- [14] CHEN C, TAN W, WANG M P, LI Z, LEI Q, XIA F Z. The transverse elongation and fracture mechanism of the upset Mo and Mo-La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> bars[J]. Mater Sci Eng A, 2010, 527: 600–605.
- [15] OERTEL C G, HUENSCHE I, SKROTZKI W, KNABL W, LORICH A, RESCH J. Plastic anisotropy of straight and cross rolled molybdenum sheets[J]. Mater Sci Eng A, 2008, 483/484: 79–83.
- [16] WARREN J. The 700 tensile behavior of Mo-0.5Ti-0.08Zr-0.025C (TZM) extruded bar measured transverse and parallel to the billet extrusion axis[J]. Int J Refract Met Hard Mater, 1998, 16: 149–157.
- [17] GROGER R, BAILEY A G, VITEK V. Multiscale modeling of plastic deformation of molybdenum and tungsten: I. Atomistic studies of the core structure and glide of 1/2<111> screw dislocations at 0 K[J]. Acta Mater, 2008, 56: 5401-5411.
- [18] NGAN A H W, WEN M. Dislocation kink-pair energetics and pencil glide in body-centered-cubic crystals[J]. Phys Rev Lett, 2001, 87: 1–4.

(编辑 杨 华)