

中温旋锻变形 Ti2448 合金的显微组织及力学性能

张振波¹, 李述军¹, 郝玉琳¹, 杨 锐¹, 郭正晓²

(1. 中国科学院 金属研究所 沈阳材料国家(联合)实验室, 沈阳 110016;
2. Department of Chemistry, University College London, London WC1H 0AJ)

摘 要:采用 XRD、TEM 等手段对 Ti-24Nb-4Zr-8Sn(质量分数, %)合金中温旋锻变形后的显微组织进行研究。结果表明, 经过较大的中温变形后, 合金呈旋涡状大理石花纹组织且具有与旋锻轴向平行的强烈的<110>丝织构, 这种典型的组织是由于具有<110>取向的晶粒在轴向拉应力状态下发生平面应变所致。TEM 分析显示组织中含有高密度的小角晶界, 应变分布不均匀。旋锻变形后, 合金具有 3.3%的超弹性变形和微弱的加工硬化行为。由于变形组织中留有大量的分布不均匀的残余应力, 合金的塑性较差, 在 600 °C 下 5 min 去应力退火处理后, 合金的塑性增强。

关键词: Ti-24Nb-4Zr-8Sn; 中温旋锻; 织构; 平面应变

中图分类号: TF 804.3 **文献标志码:** A

Microstructure and mechanical properties of warm-swaged Ti2448 alloy

ZHANG Zhen-bo¹, LI Shu-jun¹, HAO Yu-lin¹, YANG Rui¹, GUO Zheng-xiao²

(1. Shenyang National Laboratory for Materials Science, Institute of Metal Research, Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China;

2. Department of Chemistry, University College London, London WC1H 0AJ)

Abstract: The warm-swaged structure of Ti-24Nb-4Zr-8Sn (mass fraction, %) was studied by XRD and TEM. The results show that the warm-swaged alloy presents a swirled marble-like structure and has a pronounced fibrous <110> texture along the swaging axis. This typical swirled structure forms owing to the planar strain deformation of the <110>-textured grains. According to the TEM observation, there are high densities of low angle grain boundaries, dislocations and asymmetric strain in the deformed structure. The warm-swaged alloy characterizes as prominent non-linear elasticity, 3.3% recoverable elastic strain, and trivial work hardening behavior. Due to the large and asymmetric strain, the plasticity of the deformed alloy is deteriorated, which can be improved after 5 min heat treatment at 600 °C.

Key words: Ti-24Nb-4Zr-8Sn; warm-swaged; texture; planar strain

Ti-24Nb-4Zr-8Sn 合金(以下简称 Ti2448)是一种兼具高强度、低模量和超弹性等优良性能的新型医用 β 钛合金, 在生物医疗等领域有着广阔的应用前景^[1]。高度局域化非均匀的塑性变形使得 Ti2448 合金表现出特殊的塑性变形行为, 研究发现通过常规冷轧变形就可以获得晶粒尺寸小于 50 nm 的板材^[2-3]。因此, 研究不同塑性加工手段下合金的组织、性能和变形机制有助于认识和理解 Ti2448 合金特殊的变形行为, 挖掘其它可以获得更高性能的加工方式。

本文作者研究中温旋锻后 Ti2448 合金的微观组织和力学性能, 针对变形后合金典型的组织特征并结合微观力学理论分析了 Ti2448 合金旋锻变形机制。

1 实验

成分为 Ti-24Nb-4Zr-7.9Sn-0.16O 合金铸锭由真空自耗电弧炉熔炼获得, 经 850 °C 锻造成直径为 55 mm

的棒材。截取 1 m 长的棒材试样,经 6 道次均匀旋锻变形后,棒材试样的直径为 25 mm,总变形量约 80%。为了达到低温大面积旋锻变形的效果且避免变形后合金中存在 α'' 马氏体而影响性能,旋锻变形在 300 进行。采用 AXiovert 200MAT 型金相显微镜观察变形后的横、纵截面的组织。用 D/MAX2400 型 X 射线衍射仪对合金进行相组成分析,用 D8DISCOVER 型 X 射线衍射仪对旋锻变形后合金进行织构分析。透射样品均取自合金的横截面,用双喷减薄方法制得,双喷用电解液为 9%高氯酸+32%正丁醇+59%甲醇(体积分数,%) 溶液,双喷电压为 12 V,温度为 -25°C 。采用 TECNAI20 透射电子显微镜对减薄样品进行观察。拉伸和循环拉伸实验在 Instron8872 拉伸疲劳试验机上进行,速率为 $4.3\times 10^{-4}\text{ s}^{-1}$ 。

2 结果与分析

2.1 Ti2448 合金温旋锻变形组织

Ti2448 合金旋锻变形后的显微组织如图 1 所示。旋锻变形使得合金由初始的等轴组织转化为旋涡状组织。变形组织中有两种形态典型的晶粒,比较粗大的弯曲晶粒和严重扭曲的细小晶粒。在旋锻棒纵截面上,纤维状晶粒沿旋锻轴向排列。

XRD 分析结果显示,在 300 大面积旋锻变形后合金组织为单一 β 相,不存在应力诱发 α'' 等亚稳相。采用 XRD 对变形后合金进行织构分析,结果如图 2 所示。由 $\{110\}$ 和 $\{200\}$ XRD 正极图可以明显看出, Ti2448 合金经中温旋锻变形后具有极强的与旋锻轴向平行的 $\langle 110 \rangle$ 丝织构。

为了分析旋锻变形后 Ti2448 合金的微观亚结构,对旋锻后棒材横截面取样进行透射电镜观察。图 3 所示为 TEM 明场像,由于冷变形合金中积聚了大量的应变,形貌像中产生一些不均匀的明暗衬度。由图 3(a)可以看出,亚结构中含有大量小角度晶界和应变集中区,亚晶粒呈长条状。如图 3(b)所示,由于剧烈变形导致晶粒细化和扭曲,合金中存在大量的位错和不均

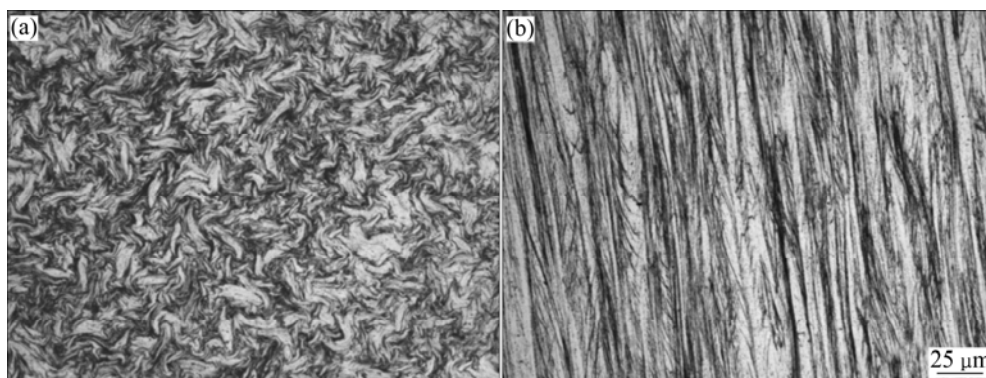


图 1 旋锻 Ti2448 合金的金相显微组织

Fig.1 Optical microstructures of swaged Ti2448: (a) Cross section; (b) Longitudinal section

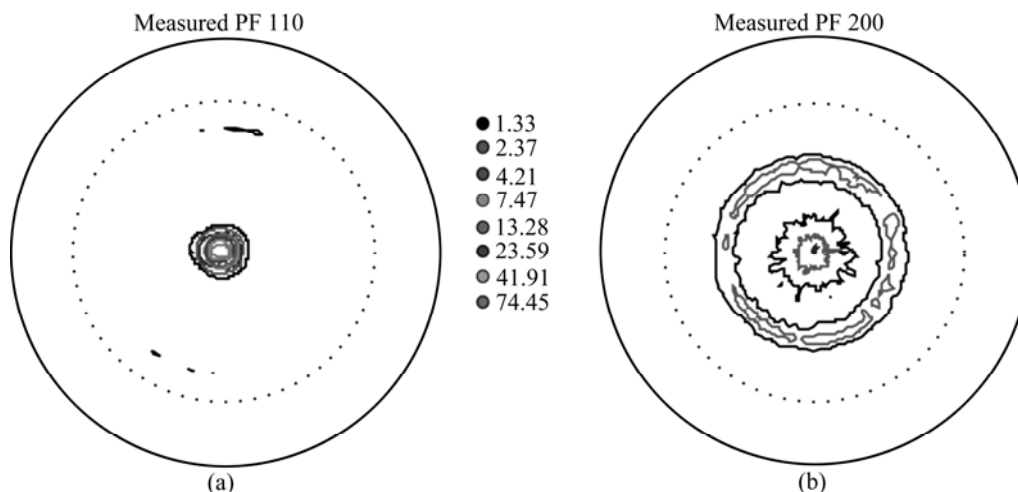


图 2 旋锻变形后合金横截面的 XRD 极图

Fig.2 XRD pole figures of warm-swaged Ti2448: (a) $\{110\}$ pole figure; (b) $\{200\}$ pole figure

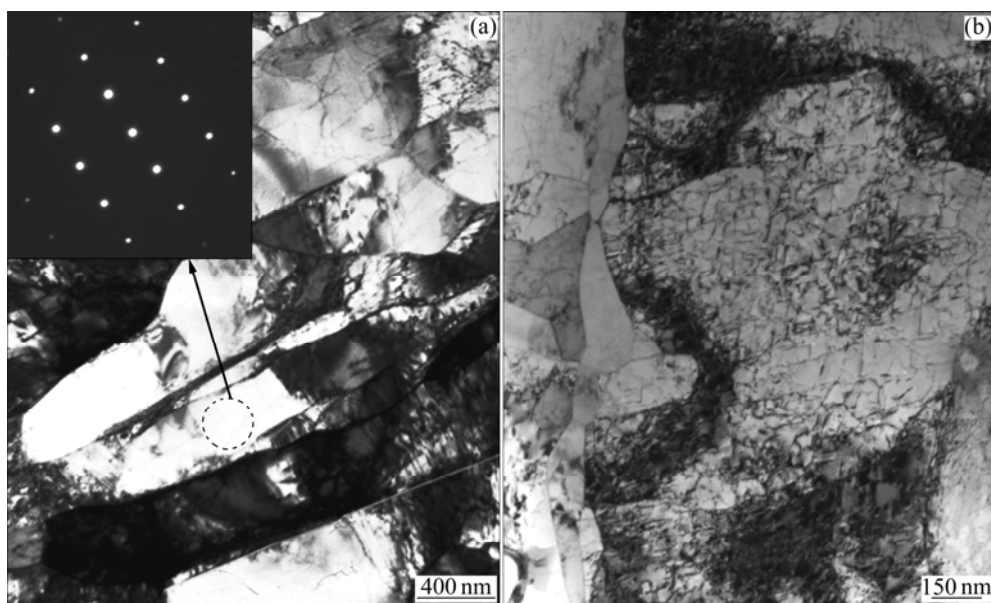


图 3 温旋锻 Ti2448 合金横截面 TEM 明场像

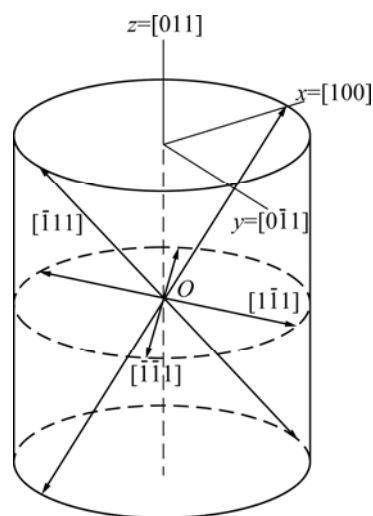
Fig.3 TEM bright-field images of warm-swaged Ti2448 alloy

区, 亚晶粒呈长条状。如图 3(b)所示, 由于剧烈变形导致晶粒细化和扭曲, 合金中存在大量的位错和不均匀的弹性应变场, 位错互相缠结, 错综排列。而在与其相邻的变形较小的区域, 位错密度较低, 形貌清晰, 表明该处积累应变较少。这些结果也表明, 旋锻过程中, 合金变形较不均匀, 在细小纤维组织处变形量较大, 位错密度高, 晶粒细化扭曲严重以协调变形, 在弯曲的大晶粒区域变形量小, 变形主要通过位错滑移进行, 小角度晶界的产生对变形有很大贡献。

2.2 形变组织形成机理探讨

温旋锻变形后, Ti2448 合金呈现典型的旋涡状组织, 这与 Nb、Fe、Ta 等 BCC 金属^[4-5]及 Ti-Nb-Ta-Zr-O 合金^[6](Gum metal)经拉拔或旋锻后的显微组织相似, 且都具有沿轴向强烈的 $\langle 110 \rangle$ 丝织构。

旋锻变形时材料承受两向压应力和一向压应力的应力状态, 这与挤压时材料承受的应力状态相似。BCC 金属在挤压变形时, $\{110\}$ 、 $\{112\}$ 和 $\{123\}$ $\langle 111 \rangle$ 滑移系可以开动, 随着变形的进行, 各晶粒的 $\langle 110 \rangle$ 晶向逐渐趋于旋锻轴向排列, 形成沿轴向的 $\langle 110 \rangle$ 丝织构。已经具有 $\langle 110 \rangle$ 取向的晶粒在继续旋锻变形时, 承受一个沿 $\langle 110 \rangle$ 方向的拉应力和垂直柱面方向的压应力。在沿 $\langle 110 \rangle$ 方向拉应力作用下, 晶体的 4 个 $\langle 111 \rangle$ 滑移方向中的 $[111]$ 和 $[\bar{1}\bar{1}1]$ 两个优先开动, 如图 4 所示。 $[111]$ 和 $[\bar{1}\bar{1}1]$ 滑移方向均处于 $[011]$ 和 $[100]$ 方向所组成的平面内, 即 xOz 平面内。位错沿这两个方向滑

图 4 具有 $\langle 110 \rangle$ 取向的晶粒在沿 $\langle 110 \rangle$ 方向拉应力下发生平面应变示意图^[5]Fig.4 Schematic diagram of slip system of $\langle 110 \rangle$ -oriented grain under tension stress along $\langle 110 \rangle$ direction^[5]

移使得晶粒在平行于 $[011]$ 方向伸长, 沿 $[100]$ 方向收缩, 而在垂直于 xOz 平面的 $[0\bar{1}1]$ 方向没有变化, 也就是应变集中在 xOz ($0\bar{1}1$) 平面内。由于这种平面应变的作用, 晶粒沿 $[011]$ 方向被拉长, 形成沿旋锻轴向的纤维状组织, 同时晶粒在平行于 $[100]$ 方向收缩, 而在与 $[100]$ 垂直的 $[0\bar{1}1]$ 方向晶粒尺寸基本保持不变, 于是在垂直于旋锻轴向的 (011) 平面上逐渐形成椭圆状组织, 变形量越大椭圆长轴与短轴差越大。TEM 对变

形后的亚结构观察也证实了这一点,如图 3 所示,入射电子束平行于 $\langle 110 \rangle$ 方向,若将其定为 $[011]$,则晶粒的尺寸短的方向近似平行于 $[100]$,而长的方向近似平行于 $[0\bar{1}1]$,与上述分析结果吻合良好。在变形过程中,晶粒之间为了协调变形,椭圆状组织发生弯曲,周向压应力的存在也促使了漩涡状组织的形成。在具有 $\langle 110 \rangle$ 取向的晶粒发生平面应变的同时,其它取向随机的晶粒的 $\langle 110 \rangle$ 方向也逐渐趋向于沿旋锻轴向排列,最终形成强烈的 $\langle 110 \rangle$ 丝织构。随着变形量的继续增大,较早发生平面应变形成椭圆状的晶粒严重扭曲、破碎来协调后续变形,而在较大椭圆状晶粒内部形成大量亚晶界,其中部分由于弯曲变形受限而发生破裂。这些在图 1 所示的金相显微组织中可观察到。

2.3 中温旋锻变形 Ti2448 合金的力学性能

图 5 所示为中温旋锻变形后合金的应力—位移曲线和循环应力—应变曲线。从图 5 可以看出,旋锻变形后, Ti2448 合金明显具有非线性弹性现象,超弹性约为

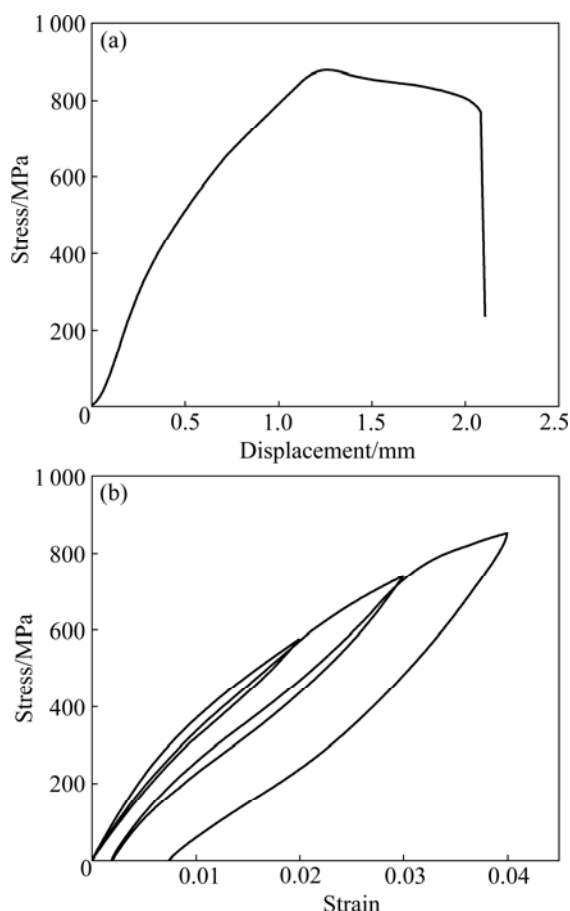


图 5 旋锻变形后 Ti2448 合金的应力—位移曲线和循环应力—应变曲线

Fig.5 Stress—displacement curve(a) and cyclic stress—strain curves(b) of warm-swaged Ti2448 alloy

为 3.3%。为了减少中温加工缺陷和残余应力对性能的影响,并且使材料仍保持单一 β 相,选择在 600 进行 5 min 短时退火处理。退火后,合金的强度基本保持为 870 MPa 不变,而断后伸长率从 7.1%提高到 11.5%。采用 TEM 对退火后合金亚结构进行分析显示,与退火前合金组织亚结构相比,退火后亚晶界数量明显减少,位错缠结程度减弱并部分湮灭,多数区域中积聚的应变得以释放,从而导致合金的塑性有所提高。

3 结论

1) 300 中温旋锻变形后 Ti2448 合金横截面呈漩涡状大理石花纹组织,并具有沿旋锻轴向强烈的 $\langle 110 \rangle$ 丝织构,变形后合金中产生了高密度的小角度晶界和分布不均匀的应力。

2) 漩涡状变形组织的产生可能是由于具有 $\langle 110 \rangle$ 取向的晶粒在旋锻变形时发生平面应变,椭圆状晶粒发生弯曲以协调变形所导致。

3) 变形后 Ti2448 合金仍具有非线性弹性变形特征,超弹性约为 3.3%,加工硬化效应极弱,经 600 退火处理 5 min 后,材料塑性有所提高。

REFERENCES

- [1] HAO Yu-lin, LI Shu-jun, SUN Shu-ying, ZHENG Cai-yun, HU Qing-miao, YANG Rui. Super-elastic titanium alloy with unstable plastic deformation [J]. Applied Physics Letters, 2005, 87(9): 091906-3.
- [2] HAO Yu-lin, LI Shu-jun, SUI Man-ling, YANG Rui. Ductile titanium alloy with low Poisson's ratio [J]. Phys Rev Lett, 2007, 98(21): 216405.
- [3] LI Shu-jun, CUI Tian-cheng, LI Yu-lan, HAO Yu-lin, YANG Rui. Ultrafine-grained beta-type titanium alloy with nonlinear elasticity and high ductility [J]. Applied Physics Letters, 2008, 92(4): 043128-3.
- [4] SANDIM H R Z, MCQUEEN H J, BIUM W. Microstructure of cold swaged tantalum at large strains[J]. Script Materialia, 1999, 42(2): 151-156.
- [5] HOSFORD W. Microstructural changes during deformation of $[011]$ fiber-textured metals [J]. Trans TMS-AIME, 1964, 230(1): 12-15.
- [6] 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): 672-667.

(编辑 何学锋)