

TiC 颗粒增强钛基复合材料的高温变形行为

胡加瑞¹, 肖来荣¹, 罗 锐², 刘 彦¹, 李 威¹, 蔡一湘²

(1. 中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083 ;

2. 广州有色金属研究院, 广州 510650)

摘要: 在 Gleeble-1500 热模拟实验机上对原位生成 TiC 颗粒增强钛基复合材料进行热压缩实验, 研究变形温度为 700~950 ℃、温度间隔为 50 ℃, 应变速率为 $10^{-3} \sim 1 \text{ s}^{-1}$ 条件下的热变形行为, 采用 XRD、DSC、SEM、OM 等实验手段对复合材料的相变点及变形后的显微组织等进行分析和测定。结果表明: 流变应力随变形温度的升高和应变速率的降低而减小; 在高应变速率条件下, 绝热温升对流变应力的影响较为明显; 动态再结晶是 TiC 钛基复合材料热变形的重要机制, 变形温度越高, 再结晶越易进行, 变形速率越高, 应变量越大, 再结晶晶粒越细小。

关键词: 钛基复合材料; 高温变形; 流变应力; 显微组织

中图分类号: TG146.2 文献标志码: A

Hot deformation behavior of titanium based matrix composites reinforced by TiC particulates

HU Jia-rui¹, XIAO Lai-rong¹, LUO Kai², LIU Yan¹, LI Wei¹, CAI Yi-xiang²

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

2. Guangzhou Research Institute of Non-ferrous Metals, Guangzhou 510600, China)

Abstract: The deformation behavior of in-situ synthesized titanium matrix composites reinforced by TiC particulates were investigated by compression tests on Gleeble-1500 thermal simulator machine. The microstructures of titanium matrix composites and phase transition temperature were investigated by means of XRD, DSC, OM, SEM. The tests were performed in the temperature range from 700 ℃ to 950 ℃ with interval of 50 ℃, and strain rates range of $10^{-3} \sim 1 \text{ s}^{-1}$. The results show that the flow stress decreases with increasing deformation temperature and decreasing strain rate. When the strain rate is high, the influence of adiabatic temperature to the flow stress is considerable. The dynamic recrystallization is an important deformation mechanism for in-situ synthesized titanium matrix composites reinforced by TiC particulates. The dynamic recrystallization happens more easily with increasing temperatures. Smaller recrystallization grains can be got with higher strain rate and strain.

Key words: titanium based matrix composites; high temperature deformation; flow stress; microstructure

颗粒增强钛基复合材料具有较高比强度和比模量, 极佳的疲劳性能和蠕变性能, 在航空、航天和电子等工业领域有广泛的应用前景^[1-4]。最近, 原位生成已广泛应用于制备颗粒增强钛基复合材料, LÜ 等^[5]和吕维洁等^[6]对原位增强钛基复合材料的微观结构和 TiC 的生长机制等进行较为系统的研究。但是随着增

强体的加入, 由于在相对较软的基体上分布很多硬度很高的增强体颗粒, 热加工性能变差, 这在较大程度上加大了钛基复合材料的工程化应用难度。但目前国内外对其研究大多数集中在制备和微观结构方面, 对高温变形行为的研究则较少。

本文作者对原位生成 TiC 颗粒增强钛基复合材料

高温变形行为进行了较为系统的研究，分析了其高温变形时流变应力的变化规律，研究了热变形参数对微观组织的影响，为制定该复合材料的热加工工艺，获得性能良好的产品提供理论和试验依据。

1 实验

钛基复合材料基体的名义成分为 Ti-5Cr-2Mo-2Ni，TiC 为颗粒增强相。图 1 所示为钛基复合材料的 XRD 谱。由图 1 可知，复合材料主要由 β -Ti 相、TiC 及少量的 α -Ti 相组成。经 DSC 测定，该原位生成钛基复合材料的 α/β 同素异晶转变温度约为 798 $^{\circ}\text{C}$ 。

将坯料加工成 $d=10\text{ mm} \times 15\text{ mm}$ 的小圆柱试样，两端面加工出 0.2 mm 深的凹槽，热变形在 Gleeble-1500 热模拟试验机上进行，压缩时在试样两端填充 75% 石墨+25% 机油+5% 硝酸三甲苯脂作为润滑剂，以减少摩擦力的影响。变形温度分别为 700、750、800、850、900 和 950 $^{\circ}\text{C}$ ，应变速率分别为 10^{-3} 、 10^{-2} 、 10^{-1} 和 1 s^{-1} 。压缩前升温速度为 $5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{s}$ ，到温后保温 5 min，变形程度为 30%~90%，卸载后立即水冷保留其高温变形组织。

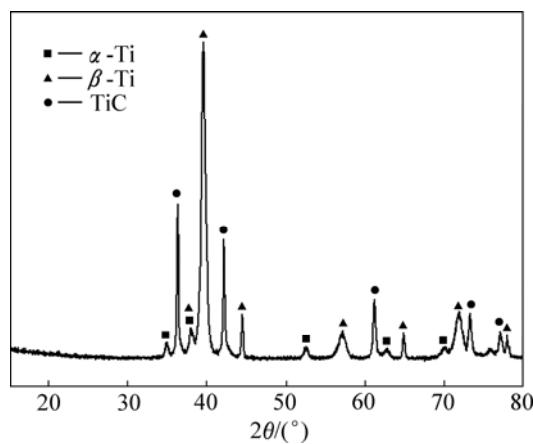


图 1 TiC 颗粒增强钛基复合材料 XRD 谱

Fig.1 XRD patterns of in-situ synthesized titanium matrix composites

2 复合材料的流变应力—应变行为

钛基复合材料高温压缩变形时的真应力—真应变曲线如图 2 所示。从图 2 可以看出，变形开始后，不同温度下的真应力呈线性增加，当真应变达到一定值后，真应力随真应变的增加的变化减小或基本保持不

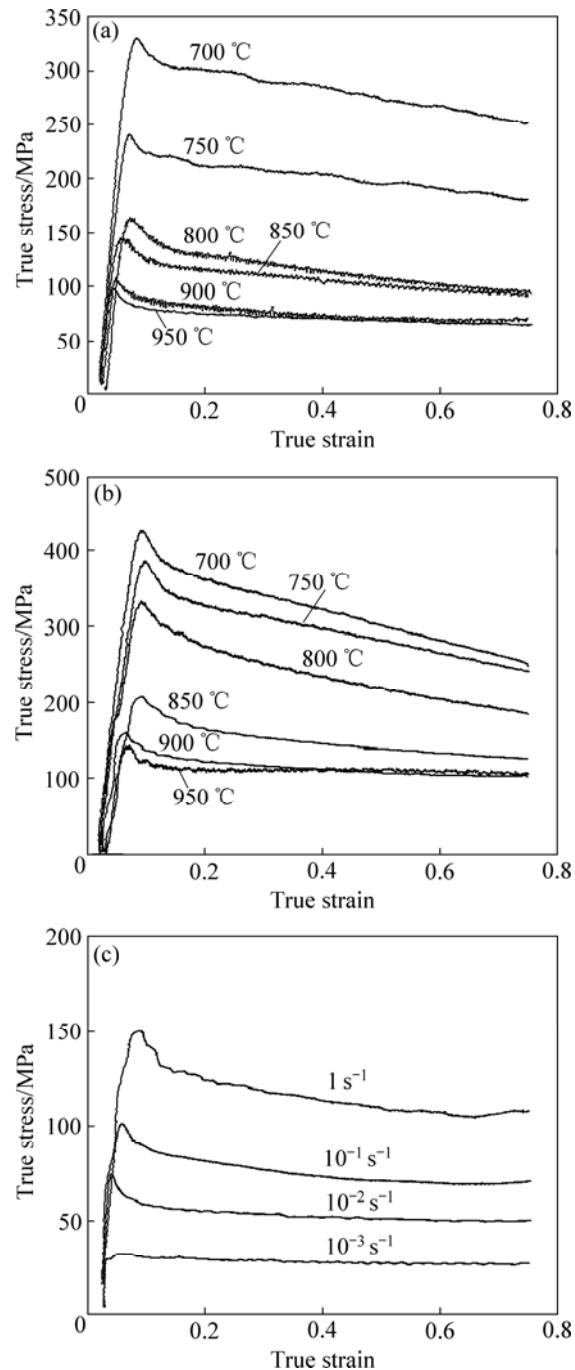


图 2 材料在不同温度和变形速率下压缩时的真应力—应变曲线

Fig.2 Compressive true stress—true strain curves at different temperatures and strain rates: (a) $\dot{\varepsilon}=10^{-1}\text{ s}^{-1}$; (b) $\dot{\varepsilon}=1\text{ s}^{-1}$; (c) $t=900$

变，流变应力随变形温度的升高而降低，随应变速率的增加而升高。

低温时，复合材料的流变应力曲线出现与再结晶曲线类似的“峰值”现象，而后又随着应变量的增加有所下降。由于本复合材料的基体属于亚稳定 β 型合

金, 层错能较高, 在低温时不易发生动态再结晶, 因此, 峰值现象并非由再结晶现象引起, 而是因为这一阶段变形时的位错增殖以及位错间的相互作用导致硬化。同时, 由于复合材料中除了 β 相外, 在晶界处还含有少量的 α 相, 在相变点下变形时, α 相对位错的钉扎作用较强, 需要更高的能量来启动位错, 因而真应力相对于高温时较高。

当应变速率较高时, 由于应变速率较快, 材料会因变形时产生的热量不能及时散出而出现绝热温升。绝热温升 Δt 可表示如下^[7]:

$$\Delta t = \frac{0.95\eta}{\rho c} \int_0^{\varepsilon_D} \sigma d\varepsilon \quad (1)$$

式中: η 为绝热因子; ρ 为合金密度; c 为合金的比热容; ε_D 为总变形量; σ 为相应应变时的应力值。

图 3 所示为变形量为 50%、应变速率为 1 s^{-1} 和 10^{-1} s^{-1} 时不同温度下复合材料的绝热温升曲线。从图 3 可以看出, 复合材料的变形温度越低, 应变速率越高, 则温升越明显, 在应力—应变曲线上表现为随着应变量的增加, 应力有所下降; 随变形温度的升高, 合金的变形抗力降低很快, 同时随应变速率减小, 绝热因子 η 降低, 由式(1)可知, 绝热温升也随之下降, 应力应变曲线趋于稳定。

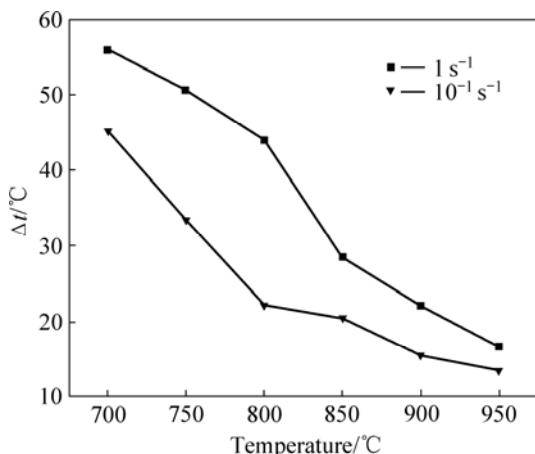


图 3 材料在不同温度下的热温升曲线

Fig.3 Adiabatic temperature of materials curves at different temperatures

3 热变形参数对微观组织的影响

3.1 温度对复合材料显微组织的影响

在变形速率为 10^{-2} s^{-1} , 变形量为 50% 的条件下, 变形温度为 700 和 800 时复合材料的微观组织如图 4 所示。从图 4 可以看出, 变形温度对复合材料的组

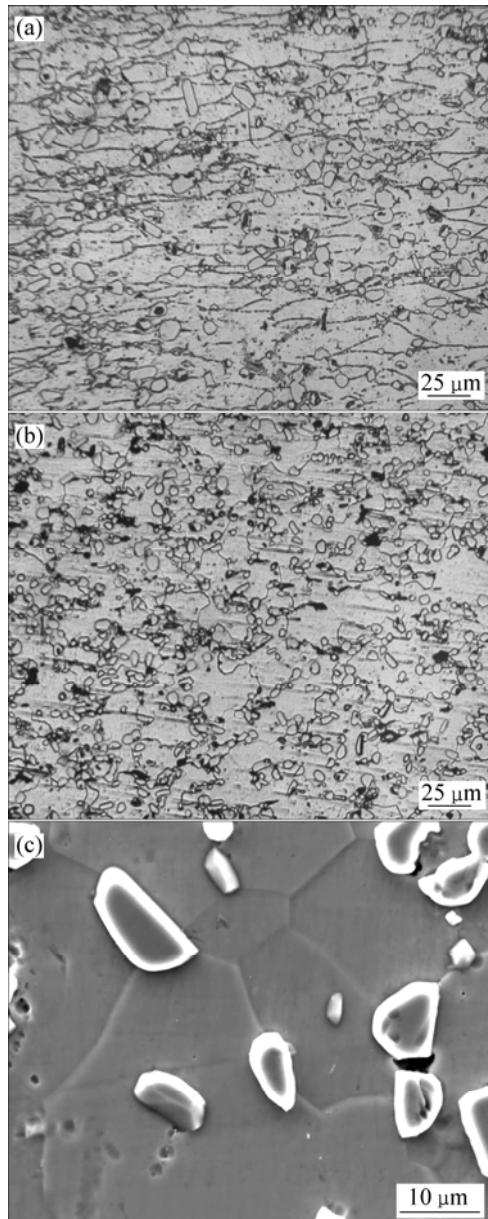


图 4 变形速率 10^{-2} s^{-1} 、不同变形温度下复合材料的微观组织

Fig.4 Microstructures of composites at different compression temperatures and 10^{-2} s^{-1} : (a) 700 ; (b) 800 ; (c) 800

织有着显著的影响。复合材料的基体以体心立方结构的 β 相为主, 仅含有少量的 α 相。 β 相的层错能较高, 位错的交滑移和攀移容易进行, 高温下异号位错易相互抵消, 位错密度下降, 畸变能降低, 不足以达到动态再结晶所需的能量水平, 只能发生动态回复。当变形温度高到足以激活原子, 使其能进行迁移时, 再结晶开始进行。当温度升高到 800 时, 尽管动态回复使得形变储存能减少, 但热激活作用增强, 原子扩散、位错交滑移和晶界迁移能力增加, 促进再结晶的形核

和晶粒长大。在700℃时,从图4(a)中可以看出,晶界清晰且平直,晶粒在垂直于压缩方向显著被拉长,金相组织中没有发现新晶粒,说明主要发生了动态回复现象;而在800℃时(见图2(b)),可以较明显地观察到再结晶现象。即通过显微组织表明升高温度促进了复合材料的再结晶。

图4(c)所示为钛基复合材料在变形速率为 10^{-2} s⁻¹、变形量为50%及变形温度为800℃时复合材料的SEM像。由图4(c)可知,经过热压缩变形后,复合材料的基体组织十分致密,未见明显的微观裂纹出现,增强体的分布比较均匀,未出现明显的团聚现象,且TiC与基体的界面良好,界面清晰而规整,球状的TiC颗粒在变形中未被拉长。

3.2 应变速率对复合材料显微组织的影响

图5所示为变形量为50%时不同变形速率下热压缩后的微观组织。由图5(a)和(b)可以看出,在750℃下变形时,应变速率的变化对变形组织的影响并不明显,无论速率高低均无再结晶发生,变形晶粒仍保持原有的平直晶界。而在950℃下变形时(见图5(c)),高应变速率下原始晶界呈锯齿状,晶界和增强相颗粒附近出现等轴的细小晶粒,说明发生了部分动态再结晶现象。而在低应变速率下(见图5(d)),再结晶晶粒尺寸已较大。由此可以看出,随着变形速率的增加,再结晶程度明显降低,再结晶晶粒也明显减小。

一般而言,回复与再结晶的程度都与时间相关,因此,热变形过程中材料发生的动态回复和再结晶就与应变速率有关。再结晶需要一定的孕育期,应变速率过高时,位错堆积,应力得不到释放,动态再结晶的形核及长大就会受到抑制。当应变速率降低时,再结晶形核与长大的时间充分,再结晶晶粒的尺寸也会相应增大。另一方面,由于应力与动态再结晶晶粒尺寸服从如下关系

$$\tau = \eta d_r^{-n} \quad (2)$$

式中: τ 为应力; d_r 为晶粒尺寸; n 为常数。

当变形速率加大时,应力 τ 上升,从而使减小,也就是说变形速率的提高可以使再结晶晶粒尺寸减小。

3.3 应变量对复合材料显微组织的影响

应变量也是影响材料发生回复和再结晶的重要因素,特别是再结晶的形核和长大过程。图6所示为在变形温度为850℃、变形速率为 10^{-3} s⁻¹,不同变形程度下的复合材料组织。从图6可以看出,随着变形程度的增加,组织细化程度提高。这是由于变形程度的大小决定了合金内部变形畸变能的大小,从而决定了

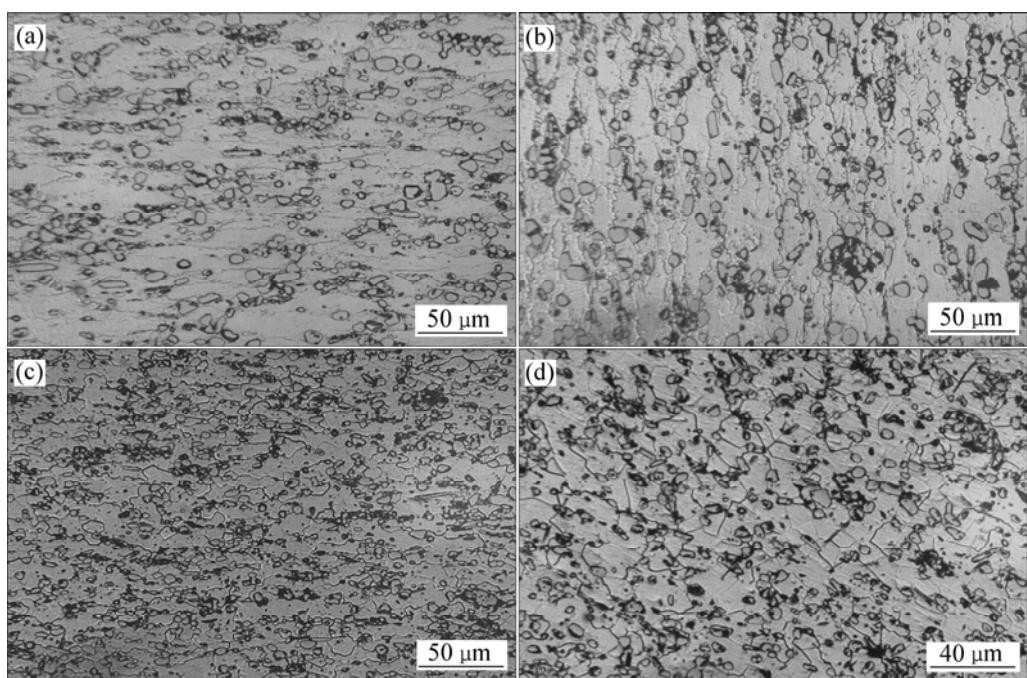


图5 不同变形速率和温度条件下复合材料的微观组织

Fig.5 Microstructures of composites at different temperatures and strain rates: (a) 750℃, 1 s⁻¹; (b) 750℃, 10⁻² s⁻¹; (c) 950℃, 1 s⁻¹; (d) 950℃, 10⁻² s⁻¹

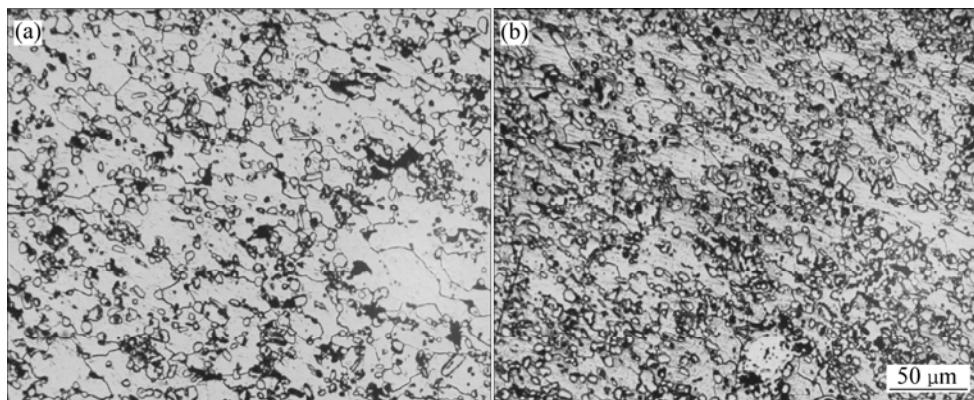


图6 变形温度为850℃、变形速率为 10^{-3} s^{-1} 时不同应变量下的微观组织

Fig.6 Microstructures of composites at temperature of 850℃ and strain rate of 10^{-3} s^{-1} : (a) $\varepsilon=0.3$; (b) $\varepsilon=0.7$

动态再结晶的驱动力。变形程度越大, 合金中的畸变能越多, 动态再结晶的驱动力越大, 则再结晶程度也就越大, 所以, 增加变形程度有效地细化了钛基复合材料变形后的显微组织。

4 结论

1) 在700~950℃、应变速率为 $10^{-3}\sim 1\text{ s}^{-1}$ 条件下, TiC颗粒增强钛基复合材料的流变应力随着温度的升高和应变速率的下降而减小; 在应变速率为 1 s^{-1} 条件下, 绝热温升对流变应力的影响较为明显, 应力随着应变量的增加有所下降。

2) 动态再结晶是TiC颗粒增强钛基复合材料热变形的重要机制, 温度的升高可以促进动态再结晶的进行, 为获得细小均匀的动态再结晶组织, 应适当地降低变形温度和提高应变量。

REFERENCES

- [1] 肖代红, 宋 旼, 陈康华. 原位合成钛基复合材料的研究现状与展望[J]. 材料导报, 2007, 21(4): 65~68.
XIAO Dai-hong, SONG Min, CHEN Kang-hua. Current status and outlook of in situ titanium matrix composites[J]. Materials Review, 2007, 21(4): 65~68.
- [2] RANGANATH S. Review on particulate-reinforced titanium matrix composites[J]. J Mater Sci, 1997, 32(1): 1~16.
- [3] TAKAHASHI T. In-situ synthesis of TiB whisker reinforced titanium by mechanical alloying[J]. Japan Inst Metals, 1995, 59(3): 244~250.
- [4] ZENG Quan-pu, MAO Xiao-nan, LU Feng. Interface reaction of TiC_p -reinforced Ti matrix composite[J]. Trans Nonferrous Met Soc China, 1997, 7(4): 80.
- [5] LÜ Wei-jie, ZHANG Di, ZHANG Xiao-nong, GUO Shu-ling, WU Ren-jie. Growth mechanism of reinforcement in in situ processed (TiB+TiC)/Ti composites[J]. Trans Nonferrous Met Soc China, 2001, 11(1): 67~71.
- [6] 吕维洁, 张小农, 张 荻, 吴人洁, 卞玉君, 方平伟. 原位合成 TiC/Ti 基复材料增强相的生长机制[J]. 金属学报, 1999, 35(5): 536~540.
LÜ Wei-jie, ZHANG Xiao-nong, ZHANG Di, WU Ren-jie, BIAN Yu-jun, FANG Ping-wei. Growth mechanism of reinforcement in in-situ processed TiC/Ti composites[J]. Acta Metallurgica Sinica, 1999, 35(5): 536~540.
- [7] BRUSCHI S, POGGIO S, QUADRINI F. Workability of Ti-6Al-4V alloy at high temperatures and strain rates[J]. Materials Letters, 2004, 58: 3622~3629.

(编辑 龙怀中)