

Ti-15-3 合金冷轧变形过程中的组织演变及力学性能

郭 强, 王 清, 韩秀丽, 孙东立, 孙 涛, 武高辉

(哈尔滨工业大学 材料科学与工程学院, 哈尔滨 150080)

摘 要: 采用金相显微镜、透射电镜和 X 射线衍射仪等研究 Ti-15-3 合金板材在交叉换向轧制过程中的组织演变规律和力学性能变化。结果表明: 经过 5 道次换向冷轧、厚度方向总变形量为 80% 的 Ti-15-3 合金板中, 形成了间隔的纤维带状组织, 其内部形成了 200 nm 左右的亚微米级晶粒。纤维组织的形成过程分为 3 个阶段, 第一阶段, 在个别晶粒内部形成局部剪切带; 第二阶段, 拉长带状组织内部平行排列的剪切带相互交叉并逐渐碎化; 第三阶段, 形成间隔的纤维组织, 其内部晶粒为亚微米级。在轧制变形中, 经 1 道次变形后, 抗拉强度迅速升高到 949 MPa, 随后抗拉强度最终缓慢增加至 1 021 MPa。固溶态合金以每道次 30% 的压下量经过 5 道次换向冷轧并于 450 °C 时效 4 h 后, 抗拉强度为 1 646 MPa。

关键词: Ti-15-3 合金; 冷轧; 时效; 力学性能

中图分类号: TG146.2

文献标志码: A

Microstructure evolution and mechanical properties of Ti-15-3 alloy during cold-rolling

GUO Qiang, WANG Qing, HAN Xiu-li, SUN Dong-li, SUN Tao, WU Gao-hui

(School of Materials Science and Engineering, Harbin Institute of Technology, Harbin 150080, China)

Abstract: The microstructure evolution and mechanical properties of Ti-15-3 alloy during cold rolling were investigated by optical microscopy, transmission electron microscopy and X-ray diffractometer. The results show that fibrous microstructure in which grains are refined to about 200 nm was formed in the sheet of Ti-15-3 alloy with total thickness reduction of 80% after five passes cross cold rolling. The structure formation may be divided into three steps: firstly, the partial shear bands form in some grains; secondly, the shear bands of different direction within the banded structure cross and refine; thirdly, the fibrous microstructure with sub-micron grains forms. During cold rolling, the ultimate strength of alloy increases sharply to 949 MPa after 1 pass and slightly to 1 021 MPa in the following passes. After 5 passes cross cold rolling with cold rolling rate of 30% per pass and aging at 450 °C for 4 h, the ultimate strength of alloy can be increased to 1 646 MPa.

Key words: Ti-15-3 alloy; cold rolling; aging; mechanical properties

国内外一些材料工作者利用等通道挤压法^[1-2]、等通道挤压+冷轧法^[3]、高压扭转法^[4-5]和等通道挤压+高压扭转^[6]等方法进行了关于 TC 钛合金及纯钛纳米化工艺的研究, 都得到了尺寸在 200~300 nm 的亚微米级晶粒。等通道挤压法的优点是可以制备大尺寸棒状试样, 有报道其直径可以达到 60 mm, 但是, 该方法的缺点是制备材料的晶粒尺寸通常大于 200 nm, 属

于亚微米材料, 限制了材料性能的进一步提高。高压扭转法的缺点是只能制备小尺寸的薄膜试样(厚度为 0.2~0.5 mm, 直径为 10~20 mm 的小圆盘), 仅适合在实验室规模进行纳米金属材料的相关基础研究。冷轧法可以避免前述两种方法的不足, 仅采用普通的二辊冷轧机可通过多道次无中间退火冷轧制备出可以满足工业化应用要求的大尺寸块体纳米合金材料。

基金项目: 哈尔滨工业大学中央高校科研业务费专项资金资助项目(2011044)

收稿日期: 2010-06-28; **修订日期:** 2010-09-28

通信作者: 王 清, 副教授, 博士; 电话: 0451-86418635; E-mail: wqhit@hit.edu.cn

研究者们制备出一种新型 Ti-24Nb-4Zr-7.9Sn β 型钛合金,并通过冷轧的方法得到了晶粒尺寸在 50 nm 以下的高强多功能纳米合金板材^[7-11]。Ti-15-3 (Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al)合金是一种新型亚稳定 β 型钛合金,具有较高的比强度和良好的冷成形性,是一种理想的航天航空结构材料^[12]。最近,作者采用一系列冷轧工艺制备了 Ti-15-3 合金纳米板材,并研究组织形成机理和力学性能^[13-15]。

1 实验

材料选用厚度为 2.9 mm 的 Ti-15-3 合金退火态板材。对原始退火态板材进行 800 °C 保温 20 min 的固溶处理。采用二辊冷轧机进行轧制试验,在无中间退火的条件下对固溶态合金以每道次 30% 的压下量进行 1~5 道次(即每次压下量为轧制前厚度的 30%)换向的冷轧工艺轧制出了厚度约为 0.6 mm 的板材,其总变形量达 80% 左右。利用蔡司金相显微镜和 PhilipsCM-12 透射电子显微镜观察轧制各阶段微观组织的变化。利用 X 射线衍射仪测试轧制前后衍射峰形的变化。采用 Instron Series IX 自动材料试验机进行拉伸性能测试。

2 结果与分析

2.1 Ti-15-3 合金以每道次 30% 的压下量经 1~5 道次交叉换向轧制过程中微观组织的演变

Ti-15-3 合金经固溶处理后组织为 β 单相组织,晶粒尺寸在 100~200 μm 。图 1 所示为以每道次 30% 的压下量各道次纵截面金相显微组织。由图 1 可看出,1 道次冷轧后,少数晶粒沿纵向稍有拉长;2 道次后,大部分原始晶粒被拉长,在极少数晶粒内部发生了局域化非均匀变形^[7-8, 10, 15],如图 1(c)所示,平行排列的剪切带贯穿于其所在晶粒。这是由于具有体心立方结构的合金是处在常温和中等应变速率的条件下进行形变,而具有体心立方晶体结构的 β 钛合金具有严重的弹性各向异性,在 $\langle 111 \rangle$ 方向沿 $\{110\}$ 、 $\{112\}$ 、 $\{123\}$ 面以及 $\langle 110 \rangle$ 方向沿 $\{110\}$ 面的剪切变形十分容易,所以,会发生局域化非均匀变形,进而形成局部剪切带。经过 3 道次变形后,晶粒被进一步拉长,出现剪切带的晶粒逐渐增多,此外,在部分区域相邻晶粒内部的剪切带相互交叉,形成了网格结构^[16-17],如图 1(e)所示。经 4 道次变形后,网格组织更加细密,组织整体为拉长的带

状组织。经过最终道次变形后,试样的厚度约为 0.6 mm,厚度方向总变形量达 80%,组织如图 2(g)所示,试样的厚度约为 0.6 mm。组织中有 3 种典型的组织:1) 剪切带相互交叉形成的细密的网格组织(见图 1(h))。2) 形成图 1(g)中黑色方框中的整体沿一定方向的纤维组织。这种纤维组织有的较长,有的较短,间隔排列,纤维组织是由不同晶粒内部剪切带相互交叉形成的网格组织在变形量进一步变大时形成的。由此可知,形成剪切带的晶粒通过剪切带的相互交叉协调变形,剪切带相互交叉形成的网格组织通过形成纤维组织协调变形。3) 仍然有少数晶粒形成新的剪切带(见图 1(j))。由此可知,在整个冷轧过程中,各个晶粒不停地形成剪切带特征。此外,仍然有部分区域还没有剧烈的变形。

图 2 所示为每道次 30% 压下量换向轧制各道次轧面的金相显微组织。在以前的研究中,单向冷轧工艺下轧面组织可以明显看出轧制方向。从图 2 可知,即使经过 5 道次轧制后,仍然看不出明显的轧制方向。2 道次后,晶粒的变形量不大,仍为等轴晶,晶界非常清晰,只是在极少数晶粒中出现了剪切带。3 道次后,变形程度加大,此时除了看到剪切带以外,在一些区域还出现了波浪式条纹组织,这主要是由于交叉换向轧制产生的复杂应力造成的。5 道次变形后,还没有发生严重变形的白亮色区域较多。

2.2 TEM 组织观察

图 3 所示为以每道次 30% 的压下量经 1~5 道次换向冷轧后(即厚度方向总变形量为 80%)样品的透射电镜组织。由明场和暗场像观察可见,晶粒尺寸在 200 nm 左右,大小不一,形状不规则。图 3(c)所示为该区域的 $[111]$ 晶带轴的电子衍射花样,衍射斑点扩展为一定角度的弧线,测量弧线对应的角度大约为 20°。电子束的光斑尺寸在 1 μm 以上,在光斑尺寸范围内已经存在多个晶粒和亚晶,并非单晶,从而使衍射斑点变成了短弧线,这说明在电子束光斑照射范围内的各个晶粒同一晶带轴相同指数晶面之间的取向差最大为 20°。之前研究表明,在变形初始形成的剪切带中晶粒已经细化到了 200 nm 左右^[15],而在本研究中,经过 5 道次冷轧后,细晶区的晶粒大小仍然为 200 nm 左右,说明在这种轧制工艺下剪切带内部的晶粒在随后变形过程中没有进一步细化。从图 4(c)中可以看到,衍射花样中除了有衍射斑点扩展为衍射弧之外,还有一套明锐的衍射斑点。衍射花样对应的中心暗场像为图 4(b),图中亮色区域为衍射斑点和衍射弧所成的像,实线椭圆区为单晶衍射斑点成的像,虚线椭圆区

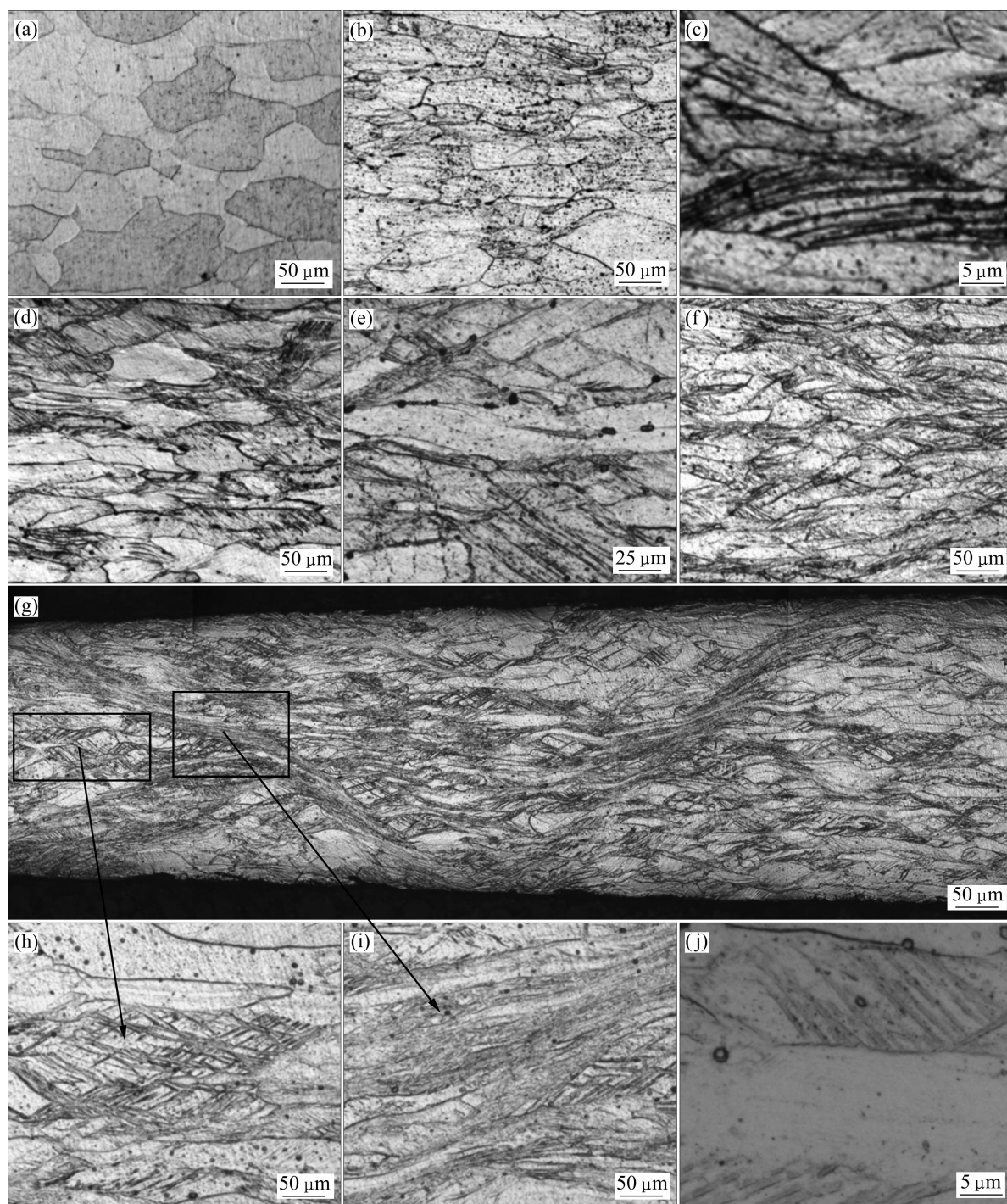


图1 各道次纵截面金相显微组织

Fig.1 Optical microstructures of longitudinal section for different cold rolling passes: (a) 1 pass; (b) 2 passes; (c) Shear band; (d), (e) 3 passes; (f) 4 passes; (g) 5 passes; (h) Fibre microstructure; (i) Crossing shear band; (j) New shear band

400 nm 左右的晶粒为衍射弧成的像,这说明经 5 道次冷轧后,组织既有亚微米级晶粒也有微米级晶粒。

2.3 Ti-15-3 合金在冷轧过程中和时效后的拉伸性能

原始板材经过 800 °C 固溶处理 20 min 后的抗拉强度和屈服强度分别为 753 MPa 和 723 MPa。由图 5 知,在冷轧过程中,抗拉强度随轧制道次的增加,先迅速

升高,而后缓慢变化。1 道次变形后,抗拉强度迅速升高到 949 MPa,随后缓慢增加至 1 021 MPa。经过冷轧后,强度提高了 268 MPa,而强度的提高主要来自于 1 道次的变形。从图 2 可知,2 道次变形后,组织中还没有出现剪切带,只是晶粒沿纵向稍有拉长,主要的强化机制为位错强化;3 道次变形后,发生了局域化非均匀变形,有些晶粒内部出现了剪切带,继而

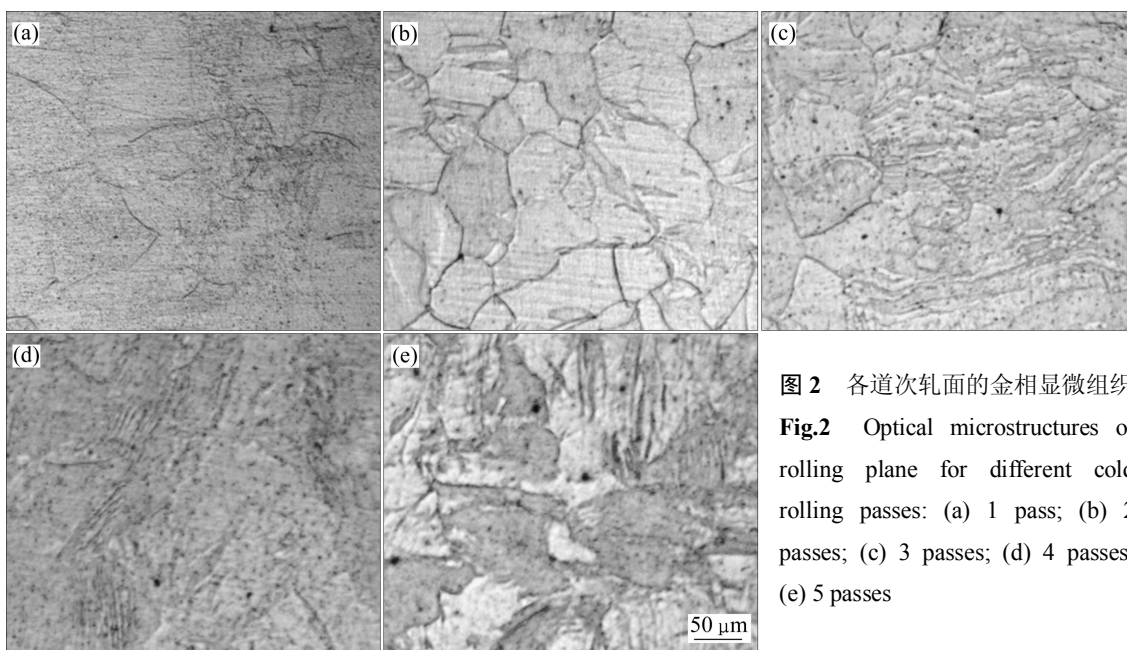


图 2 各道次轧面的金相显微组织

Fig.2 Optical microstructures of rolling plane for different cold rolling passes: (a) 1 pass; (b) 2 passes; (c) 3 passes; (d) 4 passes; (e) 5 passes

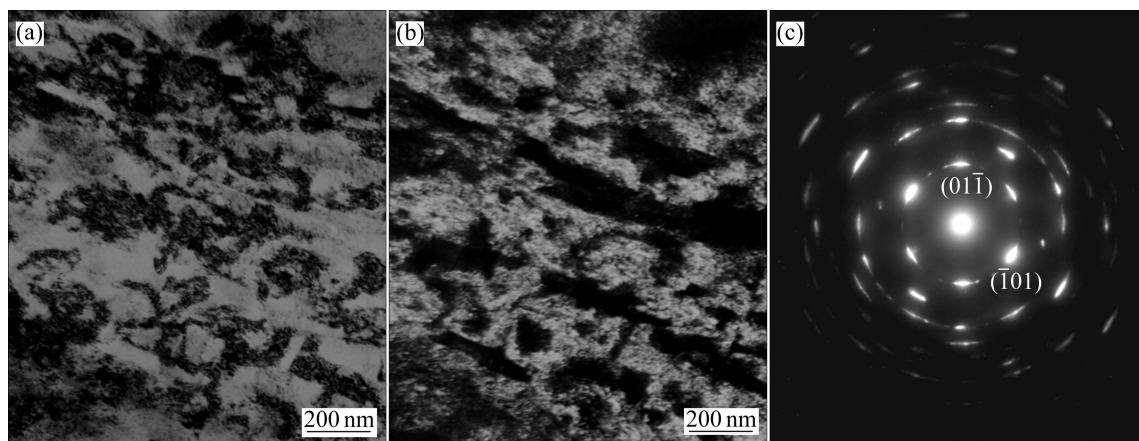


图 3 以每道次 30%的压下量经 5 道次换向轧制后合金细晶区的 TEM 像

Fig.3 TEM images of alloy after 5 passes cold rolling with reduction of 30% per pass: (a) Bright-field image; (b) Dark-field image; (c) Electron diffraction patterns of [111] axis

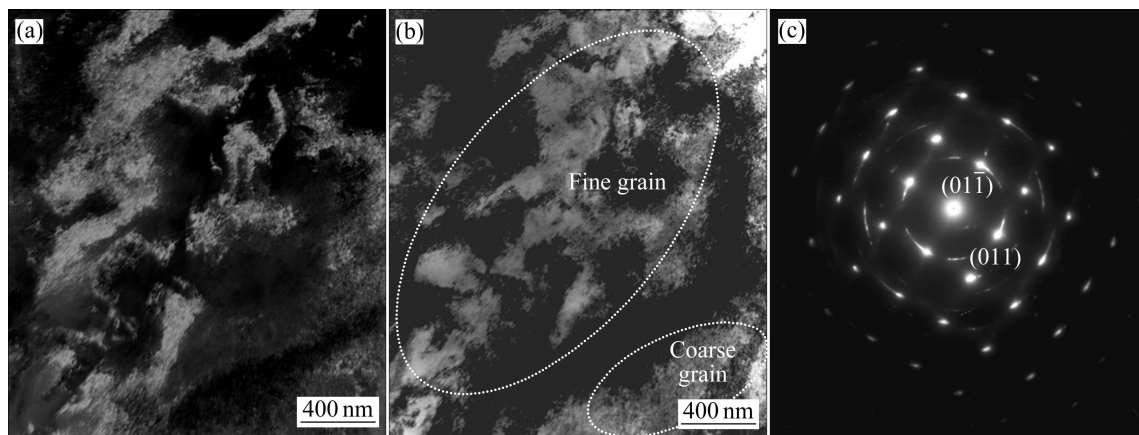


图 4 以每道次 30%的压下量经 5 道次换向轧制后合金的 TEM 像

Fig.4 TEM images of alloy after 5 passes cold rolling with reduction of 30% per pass: (a) Bright-field image; (b) Dark-field image; (c) Electron diffraction patterns of [100] axis

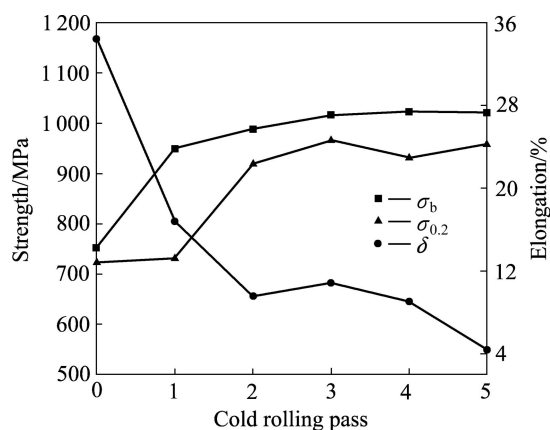


图 5 冷轧过程中 Ti-15-3 合金的拉伸性能

Fig.5 Tensile properties of Ti-15-3 alloy during cold rolling

形成网格结构和纤维组织, 这些组织的形成可能是强度没有明显升高的原因。BCC 晶体结构的弹性常数具有显著的各向异性, 在 $\langle 111 \rangle$ 方向沿 $\{011\}$ 、 $\{112\}$ 和 $\{123\}$ 面以及在 $\langle 110 \rangle$ 方向沿 $\{110\}$ 面的剪切模量最低, 在 $\langle 100 \rangle$ 方向的弹性模量最低, 因此, 在以上方向的理论剪切强度和抗拉强度较低, 这些可能是晶粒细化未产生明显强化效果的原因^[7]。

在之前的研究中, 本文作者测试了固溶态合金经过每道次压下量为 40% 1~3 道次冷轧工艺后的时效硬化曲线, 发现于 450 °C 保温 4 h 达到了时效峰值。所以, 本研究也测试了固溶态合金经过每道次压下量为 30% 1~5 道次换向冷轧及 450 °C 时效 4 h 后的拉伸性能。如图 6 所示, 经 450 °C 保温 4 h 的时效工艺后, 抗拉强度可高达 1 646 MPa, 伸长率为 1.7%。

由图 7 知, 在断口中存在两种不同的形貌, 即由小而浅的韧窝形貌和一些比较平坦的平台形貌构成。由于析出相较小, 并且很弥散, 因而强烈地阻碍

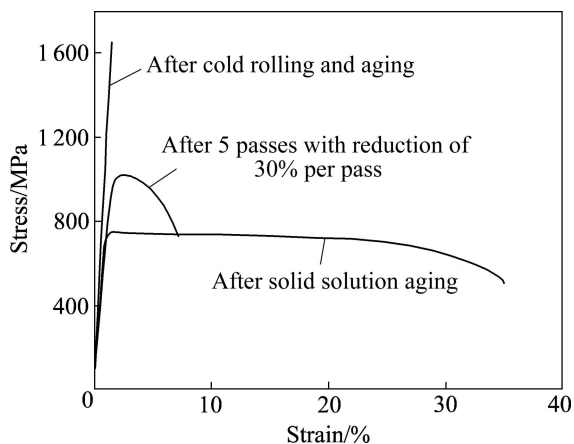


图 6 Ti-15-3 合金在不同处理工艺下的拉伸性能

Fig.6 Tensile properties of Ti-15-3 alloy after different treatments

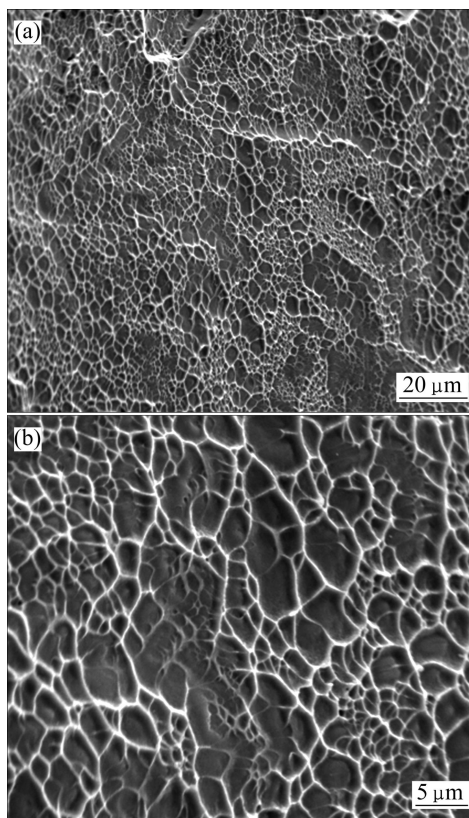


图 7 冷轧时效合金的拉伸断口形貌

Fig.7 Tensile fracture morphologies of cold-rolled alloy after aging treatment at 450 °C for 4 h

位错运动。在析出相附近堆积的位错不断增加, 从而使拉应力也不断上升, 最终使屈服强度和抗拉强度逐渐提高。当应力增加到足以使析出相周围造成很大的应力集中以致产生裂纹时, 相距很近的析出相处都萌生裂纹, 裂纹快速扩展和汇集, 从而使试样仅有很小的伸长率而快速断裂。

2.4 Ti-15-3 合金在冷轧和时效后的 XRD 谱及 TEM 像

图 8 所示为合金冷轧前后的 XRD 谱。固溶态样品的 β 相衍射峰形窄而高。经过各种轧制工艺后, 其峰形均有明显宽化, 微观应变和晶粒细化共同导致了衍射峰形的宽化, 在一定程度上证实了超细晶粒的存在。轧制前后各衍射峰强度的变化是轧制中产生的织构造成的。从时效后合金的 XRD 谱可以看出, 基体中 β 相的衍射峰形宽化现象仍然存在, 一方面说明微观应变在此温度热处理后还没有消除, 另一方面, 说明超细晶粒在此时效工艺处理后没有发生失稳长大。此外, 在基体上析出了 α 相, α 相的各衍射峰形也较宽, 也说明了 α 析出相的尺寸较小。

冷轧时效态合金的 TEM 像如图 9 所示。由图 9(a)

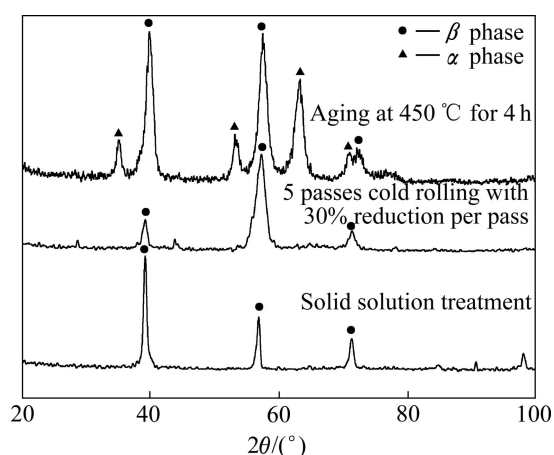


图 8 合金处理前、后的 XRD 谱

Fig.8 XRD patterns of alloys before and after different treatments

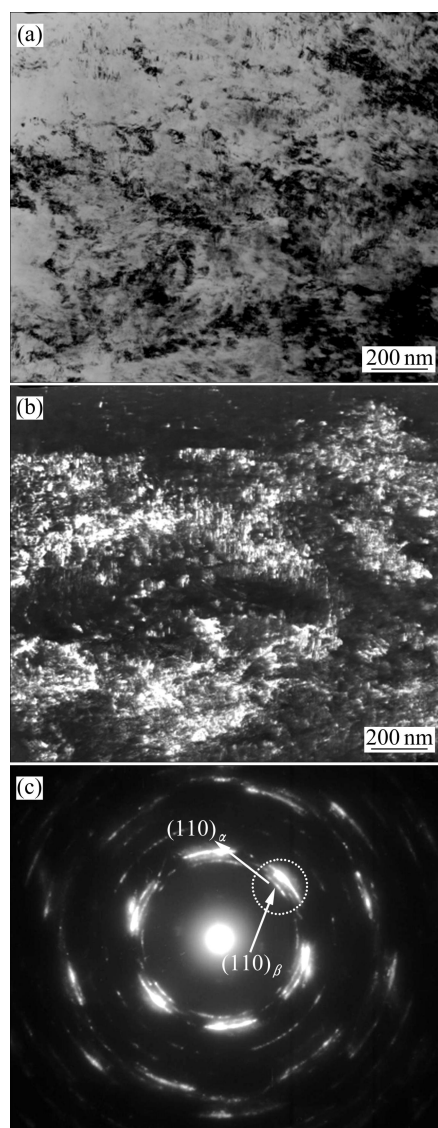


图 9 冷轧态合金经 450 °C 时效 4 h 后的 TEM 像

Fig.9 TEM images of cold-rolled alloy after aging treatment at 450 °C for 4 h: (a) Bright field; (b) Dark field; (c) Electron diffraction patterns of Fig.(a)

知,在显微组织中仍保留相当数量的细晶区,其衍射图呈不连续的衍射环。图 9(b)所示为图 9(c)衍射图中虚线圈区域衍射弧所对应的暗场像,虚线圈区域中包含 α 析出相和基体的斑点,所以,图 9(c)的组织中既有 α 析出相,也有基体的超细晶粒,其中呈细小针状的组织为纳米级尺寸的 α 析出相,双相超细晶组织与位错发生交互作用,对位错运动产生强烈的钉扎和阻碍作用^[7, 15]。而在粗晶区域,由于变形产生的位错等缺陷,为弥散细小的纳米级针状 α 析出相提供大量的形核位置,产生较大的弥散强化作用。

3 结论

1) 经过 5 道次换向冷轧,厚度方向总变形量为 80% 的 Ti-15-3 合金板中,形成了间隔的纤维带状组织,其内部形成了 200 nm 左右的亚微米级晶粒。

2) 固溶态合金经过总变形量为 80% 的冷轧变形和 450 °C、4 h 的时效处理后,抗拉强度达 1 646 MPa,比冷变形状态提高约 61%,大量纳米级 α 相的析出是强度大幅度提高的主要原因。

REFERENCES

- [1] SEMENOVA I P, RAAB G I, SAITOVA L R, VALIEV R Z. The effect of equal-channel angular pressing on the structure and mechanical behavior of Ti-6Al-4V alloy[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2004, 387: 805-808.
- [2] RAAB G I, SOSHIKOVA E P, VALIEV R Z. Influence of temperature and hydrostatic pressure during equal-channel angular pressing on the microstructure of commercial-purity Ti[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2004, 387: 674-677.
- [3] STOLYAROV V V, ZHU Y T, ALEXANDROV I V, LOWE T C, VALIEV R Z. Grain refinement and properties of pure Ti processed by warm ECAP and cold rolling[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2003, 343: 43-50.
- [4] MISHRA R S, STOLYAROV V V, ECHER C, VALIEV R Z, MUKHERJEE A K. Mechanical behavior and superplasticity of a severe plastic deformation processed nanocrystalline Ti-6Al-4V alloy[J]. *Materials Science and Engineering*, 2001, 289: 44-50.
- [5] SERGUEEVA A V, STOLYAROV V V, VALIEV R Z, MUKHERJEE A K. Enhanced superplasticity in a Ti-6Al-4V alloy processed by severe plastic deformation[J]. *Scripta Mater*, 2000, 43: 819-824.
- [6] STOLYAROV V V, ZHU Y T, LOWE T C, ISLAMGALIEV R K, VALIEV R Z. A two step SPD processing of ultrafine-grained

- titanium[J]. *Nanostructured Materials*, 1999, 11(7): 947–954.
- [7] 郝士林, 杨锐. 纳米高强 Ti-24Nb-4Zr-7.9Sn 合金[J]. *金属学报*, 2005, 41(11): 1183–1189.
- HAO Shi-lin, YANG Rui. High strength nano-structure Ti-24Nb-4Zr-7.9Sn alloy[J]. *Acta Metallurgica Sinica*, 2005, 41(11): 1183–1189.
- [8] HAO Y L, LI S J, SUN S Y, ZHENG C Y, HU Q M, YANG R. Super-elastic titanium alloy with unstable plastic deformation[J]. *Applied Physics Letters*, 2005, 87: 091906-1–3.
- [9] LI S J, ZHANG Y W, SUN B B, HAO Y L, YANG R. Thermal stability and mechanical properties of nanostructured Ti-24Nb-4Zr-7.9Sn alloy[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2008, 480: 101–108.
- [10] HAO Y L, LI S J, SUN S Y, ZHENG C Y, YANG R. Elastic deformation behaviour of Ti-24Nb-4Zr-7.9Sn for biomedical applications[J]. *Acta Biomaterialia*, 2007(3): 277–286.
- [11] HAO Y L, LI S J, SUN B B, SUI M L, YANG R. Ductile titanium alloy with low Poisson's ratio[J]. *Physical Review Letters*, 2007, 98: 2164051–2164054.
- [12] 李萍, 薛克敏, 曹爱民. Ti-15-3 合金再结晶组织的预测[J]. *合肥工业大学学报*, 2004, 24(9): 991–995.
- LI Ping, XUE Ke-min, CAO Ai-min. Prediction of recrystallized microstructure of Ti-15-3 alloy[J]. *Journal of Hefei University of Technology*, 2004, 24(9): 991–995.
- [13] 郭强, 王清, 韩秀丽, 孙东立, 武高辉. Ti-15-3 合金冷变形纳米组织的热稳定性研究[J]. *机械工程材料*, 2010, 34(3): 52–56.
- GUO Qiang, WANG Qing, HAN Xiu-li, SUN Dong-li, WU Gao-hui. Thermal stability of cold-deformed nanostructure in Ti-15-3 alloy[J]. *Materials for Mechanical Engineering*, 2010, 34(3): 14–17.
- [14] 郭强, 王清, 韩秀丽, 孙东立, 武高辉, 孙涛. Ti-15-3 合金冷轧和时效后的显微组织和力学性能[J]. *机械工程材料*, 2010, 34(4): 14–17.
- GUO Qiang, WANG Qing, HAN Xiu-li, SUN Dong-li, WU Gao-hui, SUN Tao. Nanostructure and mechanical properties in Ti-15-3 alloy after cold-rolling and ageing treatment[J]. *Materials for Mechanical Engineering*, 2010, 34(4): 14–17.
- [15] GUO Qiang, WANG Qing, SUN Dong-li, HAN Xiu-li, WANG Xu, WU Gao-hui. Formation of nanostructure and mechanical properties of cold-rolled Ti-15V-3Sn-3Al-3Cr alloy[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2010, 527(16/17): 4229–4232.
- [16] MIGELANBI H. 材料的塑性变形与断裂[M]. 北京: 科学出版社, 1998: 97.
- MIGELANBI H. Plastic deformation and fracture of materials[M]. Beijing: Science Press, 1998: 97.
- [17] 余永宁. 材料科学基础[M]. 北京: 高等教育出版社, 2006: 565.
- YU Yong-ning. Fundamentals of materials science[M]. Beijing: Higher Education Press, 2006: 565.

(编辑 李艳红)