文章编号: 1004-0609(2012)11-3022-07

TC11 合金两相区退火对微观组织与微观织构的影响

李赛毅^{1,2}, 文 浩¹, 雷力明^{3,4}, 张慧儒^{1,5}

(1. 中南大学 材料科学与工程学院, 长沙 410083;

2. 中南大学 有色金属材料科学与工程教育部重点实验室, 长沙 410012;

3. 中航商用航空发动机有限责任公司,上海 200241;

4. 北京航空材料研究院 钛合金研究室,北京 100095;

5. 华南理工大学 机械工程学院, 广州 510640)

摘 要: 采用金相、扫描电镜和电子背散射衍射(EBSD)研究两相区退火温度和时间对热压缩态 TC11(Ti-6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.3Si)双相钛合金组织和微观取向的影响。结果表明:初始魏氏组织在 850 ℃热压缩后被破坏, 形成较为细小、扭折的片层组织,晶粒取向呈非均匀分布;在后续 700 和 900 ℃退火过程中,α相变形组织和亚 结构发生静态再结晶而转变为等轴状晶粒,晶粒尺寸较退火前的更为细小,再结晶程度和等轴组织比例随保温时 间的延长而增加,片层组织的球化程度、晶粒取向和形貌的均匀性与合金的再结晶程度相关。在 900 ℃退火时, α 相的再结晶程度较 700 ℃退火时的更为明显;经过 120 min 退火后,合金发生完全再结晶,得到较为均匀、细 小的等轴状组织。

关键词: 钛合金; 再结晶; 退火; 微观组织; 微观织构 中图分类号: TG146.4 文献标志码: A

Effect of annealing in two-phase field on microstructure and microtexture of TC11 alloy

LI Sai-yi^{1, 2}, WEN Hao¹, LEI Li-ming^{3, 4}, ZHANG Hui-ru^{1, 5}

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

2. Key Laboratory of Nonferrous Metal Materials Science and Engineering,

Ministry of Education, Central South University, Changsha 410012, China;

3. AVIC Commercial Aircraft Engine Co., Ltd., Shanghai 200241, China;

4. Titanium Alloy Laboratory, Beijing Institute of Aeronautical Materials, Beijing 100095, China;

5. School of Mechanical Engineering, South China University of Technology, Guangzhou 510640, China)

Abstract: The effects of annealing temperature and time on the microstructure and microtexture of TC11 (Ti-6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.3Si) titanium alloy pre-deformed by hot working were investigated using optical microscopy, scanning electron microscopy and electron back-scattered diffraction (EBSD). The results show that the initial Widmanstätten structure is destroyed after hot compression at 850 °C, leading to fine and distorted lamellar structures with non-uniform grain orientation distributions. Upon subsequent annealing at 700 and 900 °C, the deformed and substructured α phase evolve into refined equiaxed grains due to static recrystallization, while the extent of recrystallization and the proportion of equiaxed grains increase with the annealing time increasing. The globularization of lamellar structures and the heterogeneity of grain morphology and orientations depend on the extent of recrystallization.

基金项目: 国家重点基础研究发展计划资助项目(2007CB613803)

收稿日期: 2011-11-14; 修订日期: 2012-06-26

通信作者: 李赛毅, 教授, 博士; 电话: 0731-88876621; E-mail: saiyi@csu.edu.cn

Compared with that of 700 °C, annealing at 900 °C leads to more extensive recrystallization, and a reasonably homogeneous fully recrystallized microstructure with equiaxed fine grains is achieved after 120 min. **Key words:** titanium alloy; recrystallization; annealing; microstructure; microstructure

TC11 钛合金比强度高,具有优异的中温力学性能 和成形性,是一种重要的航空和宇航结构材料。与其 它 $\alpha+\beta$ 型双相钛合金类似, TC11 钛合金材料的制备 通常需要先后在β相区和α+β两相区对铸锭进行锻压 或镦拔以得到较为细小的晶粒组织[1-4]。由于β相区变 形所形成的魏氏组织在两相区变形后难以完全转变为 具有较好综合性能的等轴状组织,往往需要进行两相 区退火,使之发生静态再结晶而进一步球化[5-9]。已有 研究较好地揭示了退火工艺对 α+β型双相钛合金组织 形貌的影响,并初步表明退火过程中晶粒组织的球化 主要是由于亚晶回复和再结晶导致片层 α 组织形成新 的晶界^[10-11]。同时,对于 Ti-6Al-4V 和 Ti-6Al-2Sn-4Zr-6Mo 等合金的研究表明,变形后的片层组织容易形成 具有强烈织构的微区, 表现出显著的织构不均匀性, 导致疲劳性能显著下降[12-14]。所以,再结晶退火也是 减弱材料织构不均匀性,从而改善合金疲劳性能的重 要手段。但是,基于金相和扫描电镜的微观组织研究 难以定量评价合金在退火过程中的再结晶程度以及微 观织构特征。

本文作者对经过热变形的 TC11 合金组织进行两 相区退火试验,通过金相和扫描电镜分析研究微观组 织随退火温度和保温时间的演变,利用电子背散射衍 射(EBSD)进一步探讨合金退火后的再结晶程度和微 观晶粒取向演变及其均匀性,以期为该类合金最终热 处理工艺的确定以及机理研究提供依据。

1 实验

实验用原材料为 TC11 钛合金棒料,其化学成分为 Ti-6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.3Si(质量分数,%), β 点为 1008 ℃^[6]。该棒料通过将直径为 700 mm 的铸锭先后 在 β 相区和两相区经过多道次镦拔而成,并在 1040 ℃ 退火 30 min(炉冷),横断面尺寸为 100 mm(X方向)×100 mm(Y方向)。在本研究中,从该棒料上切割 d10 mm×15 mm(Z)的圆柱状样品,利用 Gleeble–1500 热 模拟机进行了热压缩实验。试样通过在两端凹槽中添 加玻璃粉、铺垫厚度约为 0.2 mm 的石墨纸来润滑。 试样在热模拟机中以 10 ℃/s 速度加热,达到 850 ℃后 以 0.1 s⁻¹的初始应变速率等温压缩至 50%变形量后水

淬。最后,采用箱式电阻炉对热压缩后样品分别进行 700 和 900 ℃退火,保温时间为 30、60、120 min,退 火后立即水淬。

对于热压缩前、后以及最终退火后的样品进行了 微观组织分析,测试面均为压缩面(即 Z 面)。样品通 过常规机械磨抛制备,金相样品采用 5%HF+ 15%HNO3+80%H2O(体积分数)腐蚀剂进行侵蚀后,在 Leica DMI5000M 金相显微镜上观察,扫描电镜分析 在 FEI Quanta 200 电镜上进行。对于压缩后和退火保 温 30 min 的样品,利用 Nova NanoSEM 430 场发射扫 描电镜上安装的 HKL-Channel5 系统进行了 EBSD 分 析,测试电压为 20 kV,压缩态样品的扫描区域为 250 μm×250 μm、步长为 0.5 μm, 退火后样品的扫描区域 为 580 µm×130 µm(由 4 块 145 µm×130 µm 区域拼接 而成)、步长为1μm。EBSD所用样品通过电解抛光制 备, 抛光液为 5% 高氯酸 + 35% 正丁醇 + 60% 甲醇(体 积分数), 抛光温度约为-10 ℃。根据 EBSD 测定数据, 利用系统所带 Tango 软件分析了晶粒组织的反极图以 及不同类型组织的分布;其中,晶界定义为取向差大 于 10°的边界, 晶粒组织的类型根据晶粒内部平均取 向差(θ_{ave})而确定,即 θ_{ave} 大于最小亚晶角度(θ_{e} ,这里 为 1°)者为变形晶粒, θ_{ave} 小于 θ_{c} 但相邻亚晶的取向差 大于*θ*_c者为亚结构,其余为再结晶晶粒。

2 结果与讨论

2.1 退火温度和时间对微观组织演变的影响

图 1 所示为 TC11 合金热压缩前、后的的微观组 织。金相照片中亮色为 α 相,暗色为 β 相,扫描电镜(背 散射探头)照片中暗色区域为 α 相,亮色区域为 β 相。 由金相组织可以看出(见图 1(a)),合金在压缩前主要为 魏氏组织,由晶界 α 相包围的粗大 β 晶粒及晶内不同 方向的集束构成。图像分析表明, α 、 β 相的含量分别 约为 66%和 34%。在扫描电镜下可以看到(见图 1(b)), α 集束内片层厚度较为均匀,平均厚度约为 2 μ m。经 过压缩变形后(见图 1(c)和(d)),原始魏氏组织被明显 破坏,大部分晶界 α 相不再完整,片层组织被破碎和 扭折而解体为若干小片层,仅存在少量近似等轴的 α 晶粒。由于在该变形条件下应变速率较高、变形时间较



图1 TC11 钛合金热压缩前后的微观组织

Fig. 1 Microstructures of TC11 titanium alloys before and after hot compression: (a) OM, before hot compression; (b) SEM, before hot compression; (c) OM, after hot compression; (d) SEM, after hot compression

短,动态再结晶不充分,α相的球化不明显。这种变 形组织内部仍然存储了大量的变形能,在后续热处理 过程中将通过静态回复和再结晶释放。这些基本组织特 征与关于该类合金热变形组织的其它研究结果一致^[5]。

图 2 所示为 TC11 合金热压缩后在 700 ℃退火不 同时间后的金相和 SEM 二次电子像。由图 2 可以看 出,合金在退火过程中发生了明显的组织变化,变形 后形状不规则的 α 晶粒随退火时间的延长而趋于球 化。如图 2(a)和(b)所示,保温 30 min 后的组织以被破 碎和扭折的片层组织为主,存在少量近似等轴状的晶 粒组织。当保温时间延长至 60 min 时(见图 2(c)和(d)), α 相产生较为明显的球化,部分 β 相将片层 α 相分隔 开,形成 α 和 β 相相互锲入的晶粒串, α 相晶粒被明 显细化,被α片层分割成不同子区域的β相也得到不 同程度的细化。这是由于变形后弯曲的 α 片层内存在 位错列,在退火过程中,首先通过回复排列成整齐的 位错墙,形成小角度晶界,然后部分α相片层组织由 于异号位错相互抵消而进一步形成大角度晶界,且 β 相随 α 相大角度晶界的形成而渗透到 α 晶粒之间。退 火至 120 min 时(见图 2(e)和(f)), 上述特征更为明显, 片层 α 相组织球化更充分,但仍存在连续分布的 β 相。 图 3 所示为 TC11 合金热压缩后在 900 ℃温度下

退火不同时间后的微观组织。对比图 2 和 3 可知,900 ℃退火过程中的组织演变规律总体上与 700 ℃退火过 程中的类似。但是,900 ℃退火 30 min 后片层组织的 特征已基本消失,在 α 相球化的同时伴随有较细小、 球状 β 相晶粒的形成,这在热压缩态和 700 ℃退火后 的组织中均不明显。而且,通过扫描电镜可以看到(见 图 3(b)、(d)和(f)),当退火时间达到 60 min 以上时,β 相的含量较 700 ℃退火时明显增多。这是由于 900 ℃ 更加靠近 β 相区,在该条件下可能有部分 α 相转化为 β 相。此外,随着时间的延长,α 相晶粒的大小变得更 加均匀,但无明显长大,这可能是因为逐渐析出的 β 相阻碍了 α 相晶粒的长大。

2.2 退火温度对微观晶粒取向及再结晶程度的影响

上述金相和扫描电镜结果反映了合金的晶粒形貌 随退火温度和时间的变化情况。由这些结果可以推测, 经过热压缩的样品在 700 和 900 ℃退火过程中均发生 了不同程度的再结晶,使 α 片层产生不同程度的球化, 组织变得更为均匀。为了进一步分析退火过程中的微 观晶粒取向变化和静态再结晶程度,分别对热压缩样 品和后续退火保温 30 min 的样品进行了 EBSD 分析, 包括 α 相晶粒的取向反极图(*Z* 轴反极图)以及变形、亚



图 2 TC11 钛合金在 700 ℃退火不同时间后的金相和 SEM 二次电子像 Fig. 2 OM and SEM-SE images of TC11 titanium alloys annealed at 700 ℃ for different times: (a) OM, 30 min; (b) SEM-SE, 30 min; (c) OM, 60 min; (d) SEM-SE, 60 min; (e) OM, 120 min; (f) SEM-SE, 120 min

结构和再结晶晶粒的分布。值得指出的是,由于变形 态 β 相储存有较高的应变储能,EBSD 标定率显著低 于 α 相,本研究没有对其进行进一步的分析。

图 4 所示为热压缩后的 EBSD 面扫描结果。其中, 图 4(a)所示为晶粒取向图,图 4(b)所示为变形、亚结 构及再结晶组织的分布图。由图 4(a)可以看出,热压 缩后晶粒取向表现出明显的不均匀性,特定取向的晶 粒聚集于不同的区域,同一集束内被扭折的片层状组 织表现出相似的晶粒取向,接近于柱面织构,即晶粒 的〈1010〉平行于压缩轴。同时,由图 4(b)可以看出, 合金在变形后以扭折的片层状变形晶粒为主,其次为 由于动态回复而产生的亚结构,而再结晶晶粒的比例 则极小。这些结果进一步证实合金在变形过程中只有 极少部分组织发生了动态再结晶。CHEN 和 CAO^[15] 对热压缩 TC11 钛合金的 EBSD 取向差分布研究表明, *a* 相晶粒的球化主要源于连续动态再结晶,且动态再 结晶在比本研究更高温度和更低应变速率压缩条件下 更彻底。

图 5 所示为热压缩样品经过 700 ℃退火 30 min (水淬)的 EBSD 结果。由图 5(a)可以看出,在短时退 火的情况下,晶粒取向的分布很不均匀,不同区域表 现出显著不同的取向特征,且取向接近的区域比其他 区域保留有更为完整、平直的片层组织。由图 5(b)可 以看出,退火后变形组织的比例仍然远远高于亚结构 和再结晶组织的,但这些不同类型的组织在合金中的 分布变得更为均匀。对比晶粒取向和晶粒组织的分布



图 3 TC11 钛合金在 900 ℃温度下经过不同保温时间的金相和 SEM 二次电子像

Fig. 3 OM and SEM-SE images of TC11 titanium alloys annealed at 900 °C for different times: (a) OM, 30 min; (b) SEM-SE, 30 min; (c) OM, 60 min; (d) SEM-SE, 60 min; (e) OM, 120 min; (f) SEM-SE, 120 min



图 4 TC11 钛合金热压缩后的 EBSD 结果

Fig. 4 EBSD results of TC11 alloys after hot compression: (a) Grain orientation map of α phase (*Z*-axis inverse pole figure); (b) Distribution of deformed (red), substructured (yellow) and recrystallized (blue) structures in α phase and β phase in white

可以看出,再结晶较为明显的区域呈现出较为随机的 晶粒取向,而变形组织区域则呈现出较为集中的晶粒 取向。因此,再结晶退火有利于改善合金微观晶粒取 向的均匀性。

图 6 所示为热压缩样品经 900 ℃退火 30 min (水 淬)的 EBSD 结果。由图 6 可以看出,晶粒组织的形貌 和取向分布仍然不均匀,原始扭折的片层组织内发生 了明显的再结晶,导致局部区域内晶粒取向集中的程 度减弱,再结晶组织的比例接近于变形组织的比例。 与 700 ℃退火后的组织相比较,900 ℃退火后的片层 组织特征被进一步弱化,晶粒取向较为集中的区域明 显减少(见图 6(a)),再结晶区域的面积更大、分布更加 连续(见图 6(b))。这主要是由于温度较高时,有助于 再结晶的进行,再结晶更加充分^[9]。CHEN 和 CAO^[15] 对 TC11 钛合金热压缩样品进行 950 ℃退火 30 min 实 验发现, α 相晶粒在退火过程中主要发生了回复,没 有明显的静态再结晶。这可能是由于热压缩过程中显 著的动态再结晶消耗了较多的应变储能,减小了后续 退火时产生再结晶的驱动力。

尽管本研究没有对退火 60 和 120 min 的样品进行 EBSD 分析,但是通过比较上述 EBSD 结果以及前面 金相和扫描电镜结果可以认为,TC11 合金退火过程中 的片层组织球化程度以及晶粒取向和形貌的均匀性都 与合金的再结晶程度直接相关,合金在经过 900 ℃退 火 120 min 后发生了完全再结晶,得到了较为均匀的 细小等轴状组织。



图 5 TC11 钛合金 700 ℃退火 30 min 后的 EBSD 结果

Fig. 5 EBSD results of TC11 alloy annealed at 700 °C for 30 min: (a) Grain orientation map of α phase; (b) Distribution of deformed (red), substructured (yellow) and recrystallized (blue) structures in α phase





Fig. 6 EBSD results of TC11 alloy annealed at 900 °C for 30 min: (a) Grain orientation map of α phase; (b) Distribution of deformed (red), substructured (yellow) and recrystallized (blue) structures in α phase

3 结论

1) TC11 钛合金的初始魏氏组织在热压缩后被破坏,并发生了部分的动态再结晶,形成较为细小、扭 折的片层组织,但晶粒取向分布不均匀,保留有集束 组织的取向特征。

2) 在后续 700 ℃退火的过程中, α 相变形组织和 亚结构发生静态再结晶而逐渐转变为等轴状晶粒, 晶 粒尺寸较退火前更为细小, 再结晶程度和等轴组织的 比例随退火时间的延长而显著增长。900 ℃退火时, α 相的再结晶程度较 700 ℃退火时的更为明显, 晶粒取 向较为集中的区域明显减少; 退火 120 min 后, 合金 发生了完全再结晶, 得到了较为均匀、细小的等轴状 组织。

3) 退火过程中片层组织的球化程度与合金的再结晶程度直接相关,且再结晶退火有利于改善合金微观晶粒取向的均匀性。

REFERENCES

- 孙新军,白秉哲,顾家琳,陈南平. TC11 合金热变形行为及 Z-D 关系的研究[J]. 稀有金属, 2000, 24(3): 171-177.
 SUN Xin-jun, BAI Bing-zhe, GU Jia-lin, CHEN Nan-ping.
 Study on hot deformation behaviors and Z-D relationship of TC11 alloy[J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2000, 24(3): 171-177.
- [2] LÜTJERING G. Influence of processing on microstructure and mechanical properties of (α+β) titanium alloys[J]. Materials Science and Engineering A, 1998, 243(1/2): 32–45.
- [3] ZHANG X Y, LI M Q, LI H, LUO J, SU S B, WANG H. Deformation behavior in isothermal compression of the TC11 titanium alloy[J]. Materials and Design, 2010, 31(6): 2851–2857.
- [4] LI X, LU S Q, FU M W, WANG K L, DONG X J. The optimal determination of forging process parameters for Ti-6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.3Si alloy with thick lamellar microstructure in two phase field based on P-map[J]. Journal of Materials Processing and Technology, 2010, 210(2): 370–377.
- [5] HUANG L J, GENG L, LI A B, WANG G S, CUI X P. Effects of hot compression and heat treatment on the microstructure and tensile property of Ti-6.5Al-3.5Mo-1.5Zr-0.3Si alloy[J]. Materials Science and Engineering A, 2008, 489(1/2): 330–336.

- [6] CHEN Hui-qin, CAO Chun-xiao, GUO Ling, LIN Hai. Hot deformation mechanism and microstructure evolution of TC11 titanium alloy in β field[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2008, 18(5): 1021–1027.
- [7] 姚泽坤,郭鸿镇,苏祖武,孙开本,徐永超,曹晓卿. 热力参数对 α+β 两相钛合金再结晶百分数和力学性能的影响[J]. 稀有金属材料与工程, 2000, 29(5): 340–343.
 YAO Ze-kun, GUO Hong-zhen, SU Zu-wu, SUN Kai-ben, XU Yong-chao, CAO Xiao-qing. Effect of microstructure and recrystallization and mechanical properties of two-phase (α+β) Ti alloy[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2000, 29(5): 340–343.
- [8] 唐光昕,朱张校. TC11 钛合金在不同热处理条件下的显微组 织分析[J]. 稀有金属, 2002, 26(2): 146-148.
 TANG Guang-xi, ZHU Zhang-xiao. Microstructural analysis of TC11 alloy by different heat treatment[J]. Chinese Journal of Rare Metals, 2002, 26(2): 146-148.
- [9] AHMED T, RACK H J. Phase transformations during cooling in α+β titanium alloys[J]. Materials Science and Engineering A, 1998, 243(1/2): 206-211.
- [10] STEFANSSON N, SEMIATIN S L. Mechanisms of globularization of Ti-6Al-4V during static heat treatment[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2003, 34(3): 691–698.
- [11] SEMIATIN S L, KNISLEY S L, FAGIN P N, ZHANG F, BARKER D R. Microstructure evolution during alpha-beta heat treatment of Ti-6Al-4V[J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2003, 34(10): 2377–2386.
- [12] LE BIAVANT K, POMMIER S, PRIOUL C. Local texture and fatigue crack initiation in a Ti-6Al-4V titanium alloy[J]. Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures, 2002, 25(6): 527–545.
- [13] BRIDIER F, VILLECHAISE P, MENDEZ J. Slip and fatigue crack formation processes in an α/β titanium alloy in relation to crystallographic texture on different scales[J]. Acta Materialia, 2008, 56(15): 3951–3962.
- [14] BIROSCA S, BUFFIERE J Y, KARADGE M, PREUSS M. 3-D observations of short fatigue crack interaction with lamellar and duplex microstructures in a two-phase titanium alloy[J]. Acta Materialia, 2011, 59(4): 1510–1522.
- [15] CHEN H, CAO C. Static globularization of TC11 alloy during hot working process[J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2011, 40(6): 946–950.

(编辑 何学锋)