

Ti-7333 合金 β 锻动态再结晶行为

樊江昆, 寇宏超, 唐斌, 常辉, 李金山

西北工业大学凝固技术国家重点实验室, 西安 710072

摘要 利用 Gleeble3800 热模拟试验机研究了在温度 870~970℃ 和应变速率 $\dot{\epsilon}$ 0.001~10s⁻¹ 范围内, 近 β 钛合金 Ti-7333 β 锻热变形的组织演化规律及动态再结晶行为。实验结果表明, Ti-7333 钛合金在温度较高、应变速率较低的情况下变形时, 表现出典型的动态再结晶行为, 动态再结晶晶粒尺寸和再结晶体积分数均随变形温度升高和应变速率降低而增大, 而应变速率对再结晶晶粒尺寸的影响较显著。在应变速率较高 (>0.1s⁻¹) 且变形温度较低 (<870℃) 时, 晶粒严重变形拉长, 但动态再结晶将很难发生。因子 Z 决定着动态再结晶晶粒尺寸, 二者之间为幂指数关系。通过回归分析方法得出动态再结晶晶粒尺寸的数学表达式为: $\ln D_p = 8.50949 - 0.31411 \ln Z$ 。采用该表达式可以对一定变形条件的动态再结晶晶粒尺寸进行精确预测, 从而为 Ti-7333 钛合金热变形条件下的组织控制提供可靠依据。不适当的热变形工艺会造成组织粗大或者不均匀, 进而使材料性能恶化。因此, 应该从材料组织均匀性和晶粒细化角度选择最佳的热变形参数。

关键词 近 β 钛合金; Ti-7333; β 锻; 动态再结晶; 晶粒尺寸

中图分类号 TG146.2

文献标志码 A

doi 10.3981/j.issn.1000-7857.2013.h1.008

Dynamic Recrystallization Behavior of Ti-7333 Alloy in the β Hot Process

FAN Jiangkun, KOU Hongchao, TANG Bin, CHANG Hui, LI Jinshan

State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China

Abstract The effects of processing parameters on deformation microstructure evolution and dynamic recrystallization behavior of a new near β titanium alloy were investigated by using the Gleeble-3800 thermal and mechanical simulator in the temperature range of 870–970℃ and strain rate range of 10⁻³–10s⁻¹. The results indicate that Ti-7333 alloy exhibits a typical DRX behavior at higher deformation temperature with lower strain rates. The recrystallization grain size and recrystallization volume fraction are also increase with the increase of deformation temperature and the decrease of strain rates. And strain rate affects the recrystallization grain size significantly. The grains are seriously deformed and elongated with higher strain rate (>0.1s⁻¹) and lower temperature (<870℃), however dynamic recrystallization will hardly occur. The recrystallization grain size is determined by Zener–Hollomon parameter Z, and an exponential function relation is held between D, and Z. The model of dynamic recrystallization grain size is established by regression analysis method, that is, $\ln D_p = 8.50949 - 0.31411 \ln Z$. It is able to accurately predict the grain size of dynamic recrystallization under a certain deformation condition and lay a scientific foundation for microstructure controlling during hot deformation. Inappropriate thermal deformation process could cause coarse or non-uniform materials microstructure, thus deteriorating the performance. Thereby, the best hot deformation parameters must be selected from the perspective of microstructure uniformity and grain refinement.

Keywords near β titanium alloy; Ti-7333; β forging; dynamic recrystallization; grain size

0 引言

随着航空航天业的迅速发展, 作为航空航天材料的钛合金结构材料需要具有高比强度、高比模量、高韧性、高损伤容限、低成本以及可焊接等优良的综合性能, 使得屈服强度级别在 1350MPa 的高强钛合金成为焦点。因此, 新型高强韧钛

合金便成为近年来世界各国的研究热点。美国 TIMET 公司成功开发的亚稳 β 型合金 Ti-15-3 (Ti-15V-3Cr-3Sn-3Al) β -21S (Ti-15Mo-2.7Nb-3Al-0.2Si) 和近 β 型合金 Ti-1023 (Ti-10V-2Fe-3Al)、Ti-5553 (Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr), 以及俄罗斯开发的近 β 型钛合金 BT22 (Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-1Fe) 均具有优良的性

收稿日期: 2012-12-18; 修回日期: 2013-01-06

基金项目: 高等学校学科创新引智计划项目 (B08040)

作者简介: 樊江昆, 博士研究生, 研究方向为航空钛合金, 电子信箱: fjk2006ok@163.com

能,且成功应用于结构件和起落架、机翼、发动机挂架之间连接装置等航空工业领域,并发挥着重要作用^[1-4]。Ti-7333 合金是由西北工业大学和北京航空材料研究院联合开发的一种新型近 β 钛合金,其设计目标是得到一种具有优良的强度、韧性、塑性匹配的新型高强钛合金材料。该合金具有可锻性好、淬透性高、对偏析不太敏感、强度优异和断裂韧性较高等优点,特别适合制造承受巨大应力的零部件。例如,结构件和起落架,在航空航天工业领域具有巨大的应用潜力和前景。

对于大多数钛合金,传统的轧制或锻造等热变形加工通常在 $\alpha+\beta$ 两相区和 β 单相区进行,在热变形过程中发生动态回复和动态再结晶。由于 β 工艺本身对变形条件极为敏感,组织中容易出现晶粒粗化,导致所谓的“ β 脆性”及“组织遗传性”,降低了材料的综合性能。目前,通过形变促使具有较高层错能的钛合金发生动态再结晶,以改善其组织粗化现象是解决上述问题的有效途径。而热变形参数的选择对动态再结晶组织的转变有着重要影响,如动态再结晶晶粒的形态与分布、晶粒尺寸及体积分数等^[5-7]。因此,掌握热变形参数对动态再结晶组织的影响规律,对于 Ti-7333 钛合金 β 锻工艺参数的优化以及动态再结晶量化模型的构建,均具有重要的理论意义与实用价值。

本文以 Ti-7333 合金的热压缩变形试验结果为基础,研究了 Ti-7333 合金在不同变形条件下的组织演变、动态再结晶行为及晶粒尺寸变化规律,充分全面的理解了 Ti-7333 钛

合金的热变形行为,为该合金加工工艺的研究和优化提供理论基础,以期该合金在航空航天等领域得到推广和应用。

1 材料及方法

实验材料采用经三次真空自耗电弧炉制备的 $\varphi 280\text{mm}$ 铸锭,合金($\alpha+\beta$)/ β 相变温度为 850°C 左右。铸锭经扒皮,并经 β 相区开坯及($\alpha+\beta$)相区锻造。用电火花线切割机在合金锻坯的长轴方向截取试样,为 $\varphi 8\text{mm}\times 12\text{mm}$ 的小圆柱体。试样两端及侧面进行打磨,以降低试样表面的粗糙度,并保持端面与试样轴线垂直。

试样经 900°C 真空固溶 30min 并水淬,显微组织如热模拟压缩试验在 Gleeble-3800 热模拟机上进行。变形温度分别为 870 、 920 和 970°C ,应变速率($\dot{\epsilon}$)分别为 0.001 、 0.01 、 0.1 、 1 和 10s^{-1} ,升至变形温度后保温 2min,设计变形量为 70%。变形完毕后,立即水淬。采用钼片作为润滑片,以期减小压缩时压头与试样接触面上的摩擦力。将变形冷却处理后的试样沿平行于压缩轴方向切割,镶嵌抛光后采用 $\text{HNO}_3+\text{HF}+\text{H}_2\text{O}$ 溶液进行侵蚀。采用 OLYMPUS/GX51 型金相分析系统观察压缩试样显微组织,用图像分析软件 Image-Pro Plus 6.0 测量动态再结晶晶粒尺寸和动态再结晶体积分数。图 1(a)为锻态组织,图 1(b)为固溶态组织。锻态组织为变形破碎的 β 晶粒和细小的分布于 β 基体内的 α 相颗粒,固溶态则由粗大的 β 晶粒组成。

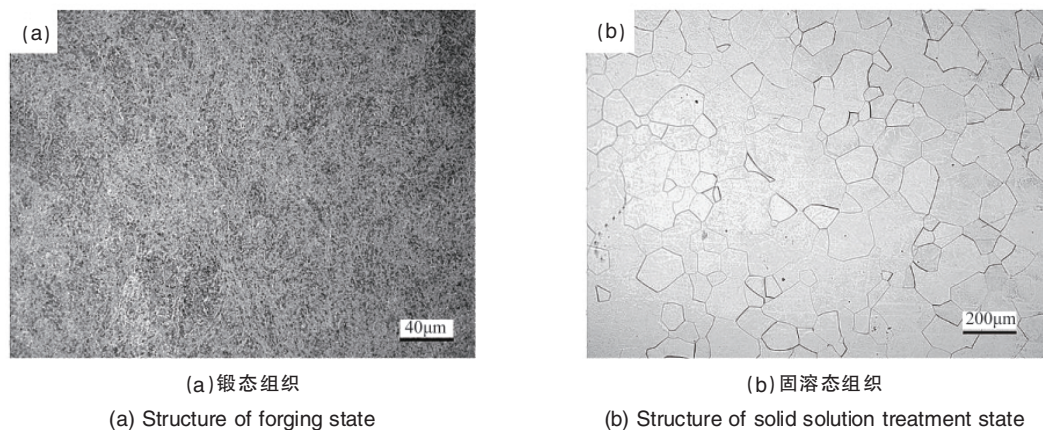


图 1 Ti-7333 合金初始组织

Fig. 1 Initial microstructure of Ti-7333 alloy

2 结果与讨论

2.1 不同变形条件下的热变形组织

图 2 为 Ti-7333 合金在不同变形条件下热压缩后的微观组织。可以看出, Ti-7333 钛合金在热变形过程中发生了动态再结晶,并且再结晶程度对热变形参数很敏感,较高的变形温度和较低的应变速率会促使动态再结晶过程的进行,且动态再结晶晶粒尺寸随应变速率降低和变形温度升高而增大。

在温度较低或应变速率较高时(870°C , 0.1s^{-1}),粗大的原

始 β 晶粒沿着与压缩轴线接近垂直的方向被严重压扁拉长,晶界发生扭曲变形甚至破碎。由于相邻 β 晶粒间的位向差较大,原子排列较为混乱,合金在低温高应变速率下变形,位错不容易穿过晶界进行运动,晶界为了协同变形进行迁移,因而发生了晶界扭曲。晶界处的位错密度由于快速变形而急剧增大,会产生较大的应力集中,从而进一步导致晶界的破碎。同时,几乎没有发现动态再结晶晶粒,此时主要发生了动态回复,动态再结晶过程还没有发生,但变形组织基本上是处

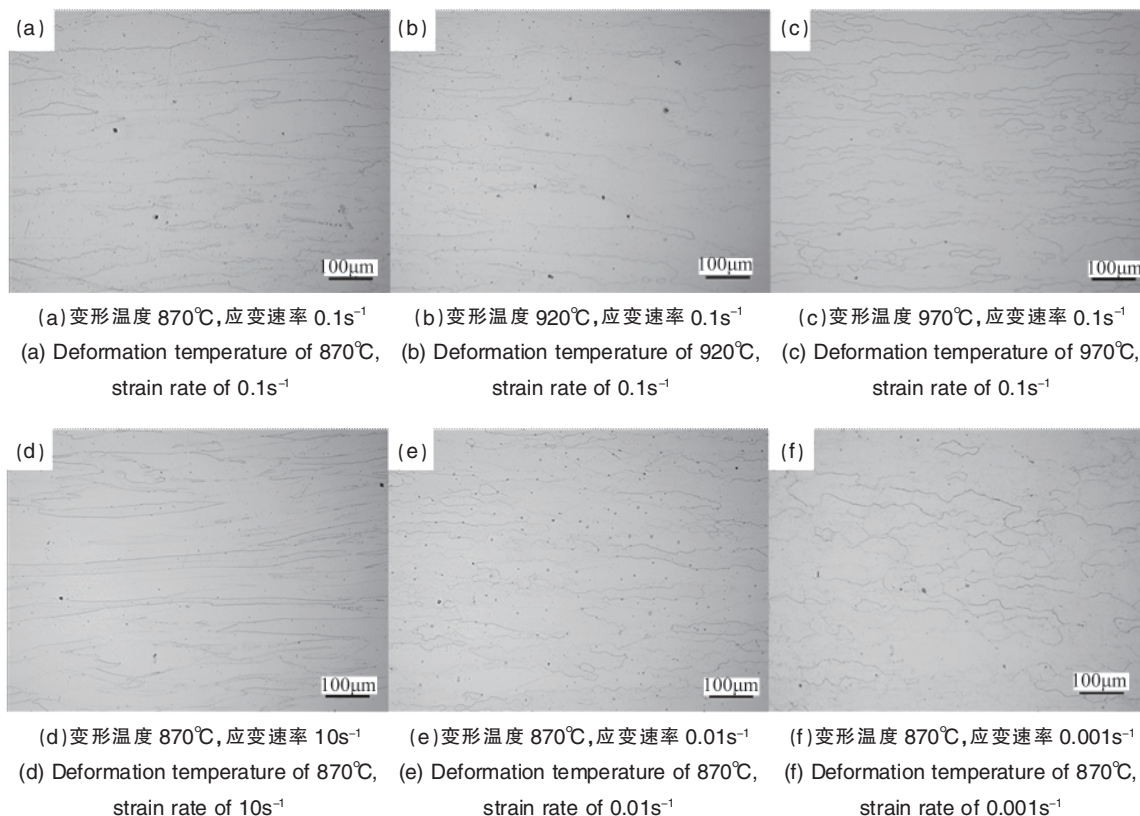


图 2 不同热变形条件下的显微组织

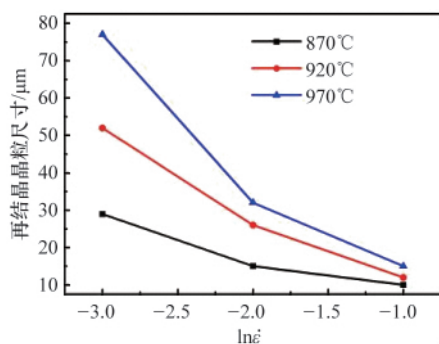
Fig. 2 Microstructures with different deformation conditions

于再结晶的临界状态,如图 2(a)。在这个过程中,材料基体内发生螺位错交滑移和刃位错攀移,造成位错对消并多边化,形成了大量具有中、高角错配度的应变诱导亚晶界。当温度有所升高或变形速率相对减小时,原组织的晶界处形成了许多细小的锯齿,在三叉晶界以及部分平直晶界处,出现非常少量的细小再结晶晶粒。这是由于三叉晶界在变形过程中承受了更大的变形,因而拥有较高畸变能,从而促进了动态再结晶形核的发生^[8],如图 2(b)、(e)所示。当温度进一步升高或应变速率进一步降低时,金相组织内部出现了许多细小的

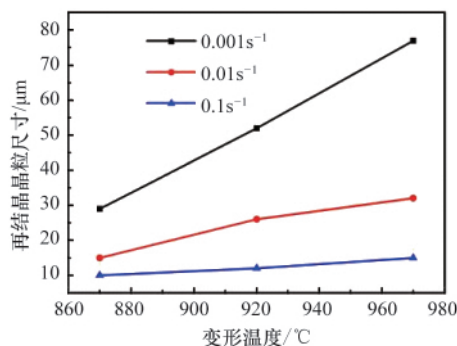
等轴晶,说明已发生了动态再结晶,并且变形晶粒和再结晶晶粒均有长大,动态再结晶体积分数有所增加,动态再结晶比较充分,且晶粒大小较为均匀,随着动态再结晶晶粒的长大,新生晶粒的数量有所下降,如图 2(c)、(f)所示。

2.2 动态再结晶晶粒尺寸演变规律

图 3 为变形参数对 Ti-7333 钛合金动态再结晶晶粒尺寸的影响。可以看出,应变速率一定时,随变形温度的升高,合金的高温变形热激活作用加强,容易克服能垒,原子扩散、位错交滑移和晶界迁移能力增加,合金元素或杂质元素溶入到



(a) 再结晶晶粒尺寸与应变速率的关系
(a) Relation between recrystallization grain size and strain rate



(b) 再结晶晶粒尺寸与变形温度的关系
(b) Relation between recrystallization grain size and deformation temperature

图 3 变形条件对动态再结晶晶粒尺寸的影响

Fig.3 Recrystallization grain size with different deformation conditions

晶粒内部,减少了对晶界的钉扎作用,导致动态再结晶晶粒的长大^[9],因此促进了再结晶的形核和晶粒长大。本实验中,应变速率为 0.1s^{-1} ,变形温度为 $870, 920$ 和 970°C 时的晶粒直径分别为 $10, 12$ 和 $15\mu\text{m}$, 970°C 时再结晶晶粒直径较 870°C 时增大了 1.5 倍。应变速率为 0.001s^{-1} ,变形温度为 870°C 时的晶粒尺寸为 $29\mu\text{m}$,在 970°C 时的晶粒尺寸达到 $77\mu\text{m}$,晶粒直径增大 2.7 倍,晶粒增长率较变形速率 0.1s^{-1} 时更大。

当变形温度一定时,动态再结晶晶粒尺寸随应变速率的降低而增大。这是由于变形过程中的再结晶是一个较为复杂的物理现象,需要一定的孕育期。应变速率过高时,塑性变形较快,位错急剧堆积,应力集中得不到释放,合金内部具有较高的存储能,使得变形组织中的动态再结晶形核数量较多且形核速度较快,晶界没有充分的时间进行迁移,从而抑制了再结晶晶粒的形核及长大,因此再结晶晶粒尺寸较小。与此同时,较高应变速率下的动态再结晶发生并不完全,新生晶粒主要集中在被拉长的原始晶粒晶界附近,所占比例较小,且分布不均匀。随着应变速率的降低,晶粒内部位错有足够的时间通过运动而实现重组,有足够的时间进行再结晶晶粒的形核与长大,使得再结晶体积分数和晶粒尺寸相应增大。例如,在变形温度为 870°C ,变形速率为 0.1 和 0.001s^{-1} 的晶粒直径分别为 10 和 $29\mu\text{m}$,晶粒尺寸增大了 3 倍。而变形温度为 970°C ,变形速率为 0.1 和 0.001s^{-1} 的晶粒直径分别为 15 和 $77\mu\text{m}$,晶粒尺寸增大了 5 倍,晶粒尺寸增值率较 870°C 时大。

根据实验数据以及前期研究,采用含双曲正弦的 Arrhenius 本构方程 $\dot{\varepsilon}=A[\sinh(a\sigma)]^n\exp[-Q/(RT)]$ 进行描述^[10],式中, σ 为高温流变应力; $\dot{\varepsilon}$ 为应变速率; T 为热力学温度; n 为应力指数; A 为材料常数; R 为摩尔气体常数; Q 为热变形激活能; a 为应力水平参数。通过多次回归方法计算得到 Ti-7333 合金再结晶激活能 $Q=213.83\text{kJ/mol}$,应力指数 $n=3.3935$ 。

温度补偿变形速率因子 Zener-Hollomon 参数表达式^[11]为

$$Z=\dot{\varepsilon}\exp(Q/RT) \quad (1)$$

将变形温度、应变速率和激活能的数值代入到上式中可得相应变形条件下的 Z 参数值。

根据 Seller 模型,再结晶晶粒尺寸与变形参数 Z 之间满足幂指数关系

$$D_r=a\cdot Z^b \quad (2)$$

式中, a, b 均为常数。

采用最小二乘法原理对上式进行回归分析,得到 D_r 与 Z 参数的表达式为

$$\ln D_r=8.50949-0.31411\ln Z \quad (3)$$

图 4 为 Ti-7333 钛合金在高温压缩变形时,动态再结晶晶粒尺寸 D_r 与 Z 参数值的自然对数之间的关系。结果表明,它们之间有着较好的线性关系,即在本文实验范围内,再结晶晶粒大小直接取决于 Z 参数。

为验证上述所建模型,将实际变形条件代入式(1),并结

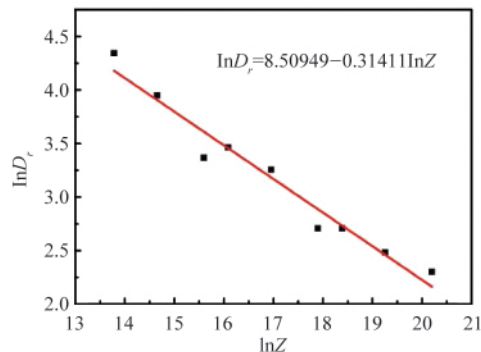


图 4 $\ln D_r$ 与 $\ln Z$ 的关系曲线

Fig. 4 Relationship between $\ln D_r$ and $\ln Z$

合式(3)得出再结晶晶粒尺寸的预测值,与实测值比较结果见图 5。可以看出,采用该模型计算得到的再结晶晶粒尺寸与实测值非常接近,拟合直线斜率 Slope 为 1.067 ,说明采用该模型可以对一定条件下的再结晶晶粒尺寸进行精确预测。

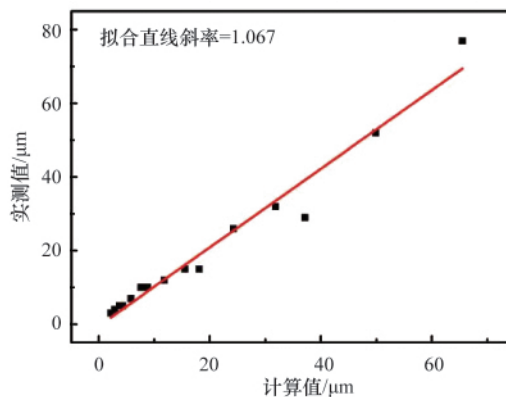


图 5 再结晶晶粒尺寸模型验证

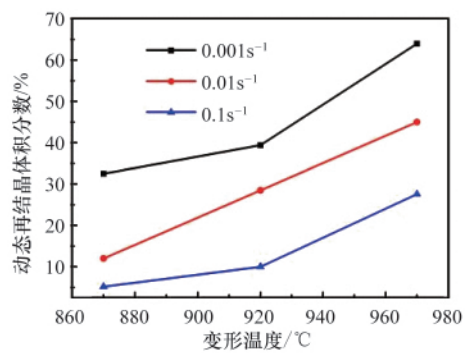
Fig.5 Comparison between predictive and experimental values

2.3 动态再结晶体积分数演变规律

动态再结晶是新生晶粒不断形核与长大的过程,变形组织在一定时间内所发生动态再结晶的程度可由动态再结晶体积分数来描述,而动态再结晶体积分数与发生时间所构成的动力学曲线则能真实地反映材料在一定温度下发生动态再结晶的动力学规律。

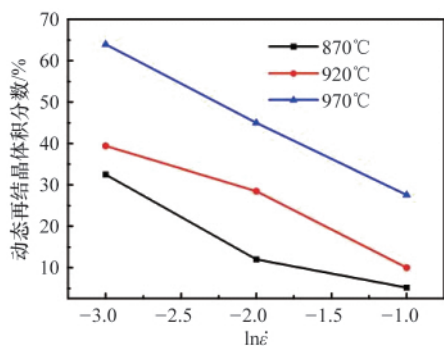
图 6 为锻态 Ti-7333 钛合金在不同热变形条件下动态再结晶体积分数的定量测试结果。动态再结晶体积分数随温度的升高和应变速率的降低而呈增加趋势。例如,在应变速率 0.01s^{-1} ,变形温度 870 和 970°C 时的动态再结晶体积分数分别为 12% 和 45% ;当变形温度为 870°C ,应变速率为 0.1 和 0.001s^{-1} 的动态再结晶体积分数分别为 5.2% 和 32.5% 。

由上述分析可知,Ti-7333 钛合金在较低变形温度 (870°C) 时,晶粒尺寸虽然得到了细化,但是再结晶体积分数较小,最大也只有 32.5% 。而在较高的变形温度 (970°C) 时,温度升高促进了动态再结晶的形核和再结晶晶粒的长大,组织



(a) 再结晶体积分数与变形温度的关系

(a) Relation between recrystallization volume fraction and deformation temperature



(b) 再结晶体积分数与应变速率的关系

(b) Relation between recrystallization volume fraction and strain rate

图 6 变形条件对动态再结晶体积分数的影响

Fig.6 Recrystallization volume fraction with different deformation conditions

均匀性相应得到改善。但此时虽然动态再结晶较为充分,原始 β 晶粒和动态再结晶晶粒却都过分长大,合金组织粗化严重,应避免在此温度范围的热加工。应变速率增大也可以细化晶粒,但动态再结晶体积分数会随之减小,致使晶粒尺寸不均匀性增加。但应变速率也不能太低,当应变速率为 0.001s^{-1} 时,由于变形时间较长,虽然动态再结晶体积分数较充分,但动态再结晶晶粒生长时间也较长,致使晶粒粗大,组织粗化。因此,应从组织均匀性和晶粒细化角度选择最佳热变形条件参数。

3 结论

(1) 当变形温度较高、应变速率较低时, Ti-7333 钛合金可发生动态再结晶行为。在应变速率较高($>0.1\text{s}^{-1}$)且变形温度较低($<870^\circ\text{C}$)时,晶粒严重变形拉长,但动态再结晶将很难发生。

(2) 在本实验条件下,动态再结晶晶粒尺寸和再结晶体积分数均随变形温度的升高和应变速率的降低而增大。应变速率对再结晶晶粒尺寸的影响较显著,应变速率增大可以细

化晶粒,但动态再结晶体积分数会随之减小,致使晶粒尺寸不均匀性增加,但应变速率太低时,晶粒又会因过分长大而使组织粗化。

(3) 通过回归方法,得出动态再结晶晶粒尺寸的数学表达式为: $\ln D_r = 8.50949 - 0.31411 \ln Z$ 。采用该表达式可以对一定变形条件的动态再结晶晶粒尺寸进行精确预测,从而为 Ti-7333 钛合金热变形条件下的组织控制提供可靠的依据。

参考文献 (References)

- [1] Balasubrahmanyam V V, Prasad Y V R K. Hot deformation mechanisms in metastable beta titanium alloy Ti-10V-2Fe-3Al [J]. Materials Science and Technology, 2001, 17(10): 1222-1228.
- [2] Jones N G, Dashwood R J, Dye D, et al. Thermomechanical processing of Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr [J]. Materials Science and Engineering A, 2008, 490 (1-2): 369-377.
- [3] Boyer R R, Briggs R D. The use of β titanium alloys in the aerospace industry [J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2005, 14 (6): 681-685.
- [4] Nyakana S L, Fanning J C, Boyer R R. Quick reference guide for β titanium alloys in the 00s [J]. Journal of Materials Engineering and Performance, 2005, 14(6): 799-811.
- [5] Jones N G, Dashwood R J. The flow behavior and microstructural evolution of Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr during subtransus isothermal forging [J]. Metallurgical and Materials Transactions A, 2009, 40(8): 1944-1954.
- [6] Wang R N, Xi Z P, Zhao Y Q, et al. Hot deformation microstructure and Mechanism of Ti53311S titanium alloy [J]. Rare Metal Materials and Engineering, 2008, 37(8): 1356-1359.
- [7] Raghunathan S L, Dashwood R J, Jackson M, et al. The evolution of microtexture and macrotexture during subtransus forging of Ti-10V-2Fe-3Al [J]. Materials Science and Engineering A, 2008, 488(1-2): 8-15.
- [8] Miura H, Sakai T, Hamaji H, et al. Preferential nucleation of dynamic recrystallization at triple junctions [J]. Scripta Materialia, 2004, 50(1): 65-69.
- [9] 张旺峰, 李兴元, 马济民, 等. 热变形参数对 TA15 再结晶晶粒尺寸的影响 [J]. 金属学报, 2002, 38(S1): 158-160.
Zhang Wangfeng, Li Xingyuan, Ma Jimin, et al. Acta Metallurgica Sinica, 2002, 38(S1): 158-160.
- [10] Sellars C, Mcgertag W J. On the mechanism of hot deformation [J]. Acta Metall, 1966, 14(9): 1136-1138.
- [11] Jonas J J, Sellars C M, Tegart W J MCG. Strength and structure under hot working conditions [J]. International Materials Reviews, 1969, 14: 1-24.

(责任编辑 张玉肖, 马骁骁)

《科技导报》征集“封面文章”

为快速反映我国最新科技研究成果,《科技导报》拟利用刊物最显著位置——封面将最新科研成果第一时间予以突出报道。来稿要求:研究成果具创新性或新颖性;反映该领域我国乃至世界前沿研究水平;可以图片形式予以反映,图片美观、清晰、分辨率超过 300dpi;文章篇幅不限,要说明研究的背景、方法、取得的结果,以及结论。在线投稿:www.kjdb.org。