

Ti-4.5Al-6.5Mo-2Cr-2.6Nb-2Zr-1Sn 钛合金的高温变形行为

张 勇, 王富康, 屈 锋, 宁永权, 王 敏

(西北工业大学, 陕西 西安 710072)

摘要: 超高强韧钛合金是制造超规格航空结构件的骨干材料。通过热模拟压缩实验研究了 Ti-4.5Al-6.5Mo-2Cr-2.6Nb-2Zr-1Sn 钛合金高温变形行为, 采用临界条件动力学模型建立高温下动态再结晶体积分数预测模型。本研究取得的阶段性成果将为超大尺寸、复杂形状的关键结构件的集成制造提供理论支撑。

关键词: 钛合金; 高温变形; 动态再结晶

中图法分类号: 146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2020)03-0944-06

Ti-4.5Al-6.5Mo-2Cr-2.6Nb-2Zr-1Sn 钛合金是我国最新一代的超高强韧钛合金, 抗拉强度高达 1400 MPa, 断裂韧性 $50 \text{ MPa}\cdot\text{m}^{1/2}$, 通过合理的热加工工艺, 可实现强度-塑性-韧性相互匹配的优异性能, 有望运用于飞机的起落架以及框梁等重要结构, 是未来制造超规格航空结构件的骨干材料, 在航空结构件领域里具有巨大的前景^[1-3]。材料的工艺-组织-性能三者是相互对应的关系, 在热变形过程中动态软化行为的分析对于优化变形工艺以获得理想的性能具有重要意义^[4]。动态再结晶可通过降低变形抗力、细化晶粒, 获得所需要的显微组织, 是一种重要的控制组织的软化机制^[5]。动态再结晶引起的组织演变将直接反映在流变应力应变曲线上, 许多学者提出通过建立数学模型去预测动态再结晶的过程^[6]。Poliaak 和 Jonas 提出加工硬化率与应力的二阶偏导为 $0(\partial/\partial\sigma)(\partial\theta/\partial\sigma)=0$, 对应着动态再结晶的临界状态^[7]。本研究通过热模拟压缩试验, 研究了超高强韧钛合金在不同工艺下的动态再结晶行为, 获得了临界应力、饱和应力、稳定应力与 Zener-Hollomon 参数 (Z) 之间的线性关系, 并建立了不同工艺下的再结晶体积分数预测模型。

1 实验

实验材料为超高强韧 Ti-4.5Al-6.5Mo-2Cr-2.6Nb-2Zr-1Sn 钛合金, 金相法测得 α/β 转变温度为 845 °C, 压缩试样加工成 $\Phi 10 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$ 的圆柱体, 热模拟压缩实验在 Gleeble-3800 上进行。变形温度: 780、810、840、860、890、920 °C; 应变速率: 0.001、0.01、0.1、

1、 10 s^{-1} ; 变形量 60%。压缩完成后立即进行水淬, 以保留变形后的组织。沿轴向切开压缩试样, 制备金相组织, 腐蚀剂配比采用 $\text{HF:HNO}_3:\text{H}_2\text{O}=1:3:6$, 使用 OLYMPUS-SP-MG3 光学金相显微镜(OM)观察金相组织。

2 流变行为

图 1 展示了 Ti-4.5Al-6.5Mo-2Cr-2.6Nb-2Zr-1Sn 钛合金在热模拟压缩过程中的应力应变曲线, 其变形工艺参数: 图 1a 变形温度为 780 °C (在相转变点 ($T_\beta = 845 \text{ }^\circ\text{C}$) 以下); 图 1b 变形温度为 890 °C; 图 1c 应变速率为 0.001 s^{-1} ; 图 1d 应变速率为 1 s^{-1} 。从整体上来看, 所有的流变曲线都表现为相同的特点, 高温压缩行为大致经历了 3 个阶段。在变形开始阶段, 由于大量位错增殖引起的加工硬化, 使流变应力快速增大达到峰值应力; 达到峰值应力之后, 主要由温升、动态回复、动态再结晶等软化机制使流变应力下降^[8]; 最后, 动态软化和加工硬化达到动态平衡^[9]。此外, 从图 1a 和 1b 中可以得到: 随着应变速率的升高, 流变应力升高。这是因为随着应变速率升高, 位错密度增加, 阻碍了位错的移动, 应力升高^[10]。从图 1c 和 1d 中可以得出: 随着变形温度升高, 流变应力降低。温度升高, 使原子自由能升高、原子结合力降低, 有利于位错滑移和晶界迁移, 流变应力降低。

为了进一步分析软化作用, 定义软化效果: $\Delta\sigma=\sigma_p-\sigma_{0.8}$, σ_p 为峰值应力, $\sigma_{0.8}$ 为应变 0.8 对应的应力。如图 2 所示, 建立了在不同变形速率下 Ti-4.5Al-6.5Mo-2Cr-2.6Nb-2Zr-1Sn 钛合金流变软化效果与不同温度的关

收稿日期: 2019-03-15

作者简介: 张 勇, 男, 1994 年生, 硕士, 西北工业大学材料学院, 陕西 西安 710072, E-mail: 13279432862@163.com

系。在相变温度以下变形, 特别是高应变速率, 软化效果最为显著, 显微组织转化和不稳定流动是软化的主要机制^[11]。如图3所示, 在变形过程中一定发生了强烈的组织演变, 可以看到大量的 α 相被打碎。Jackson等人提出: 在相变点以下变形, 主要的软化机制为针状 α 相被打碎或球化^[12]。在图2中, 可以发现: 在相变点温度以上变形, 特别是低应变速率下变形, 其软化效果不明显, 这是由于在低应变速率下发生动态再结晶的原因。Zhu等人也得到相同结论^[13]。

真应力应变曲线反映了流变应力与热力学行为的内在关系^[14]。但是仅仅依靠真应力应变的形状, 很难精确的判断在不同工艺参数下的软化机制, 需要进一步分析讨论。

3 本构关系

在高温变形过程中, 采用Arrhenius函数描述合金在不同工艺下的变形行为^[15,16]。

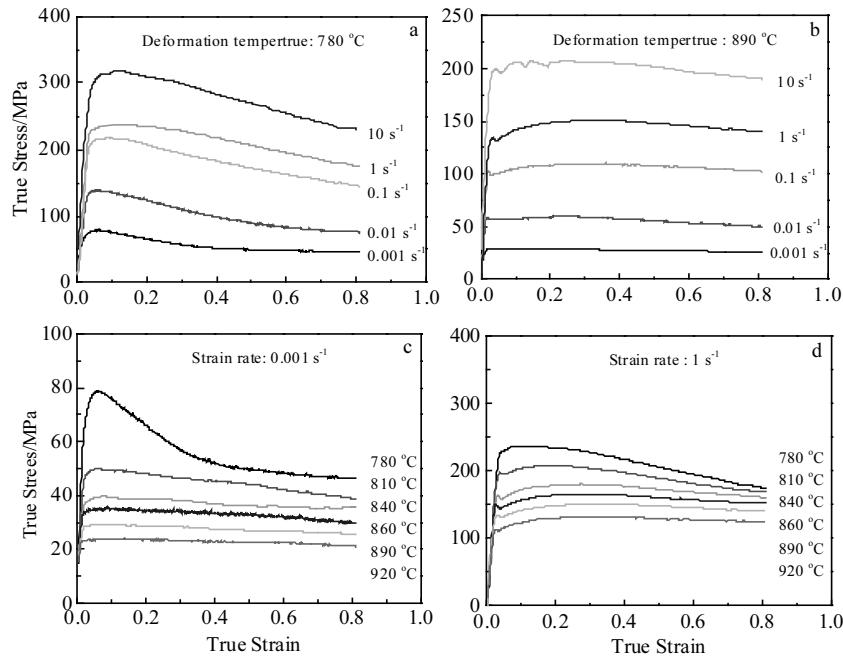


图1 Ti-4.5Al-6.5Mo-2Cr-2.6Nb-2Zr-1Sn 钛合金在不同工艺下的流变应力-应变曲线

Fig.1 Typical stress-strain curves in the isothermal compression of Ti-4.5Al-6.5Mo-2Cr-2.6Nb-2Zr-1Sn alloy: (a) 780 °C, (b) 890 °C, (c) 0.001 s⁻¹, and (d) 1 s⁻¹

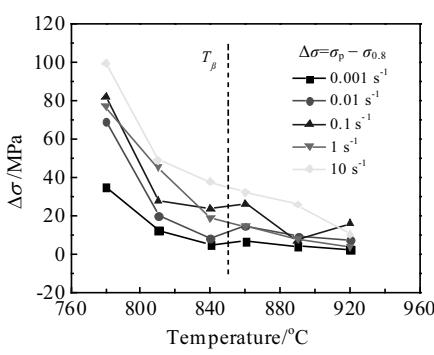


图2 Ti-4.5Al-6.5Mo-2Cr-2.6Nb-2Zr-1Sn 钛合金在不同应变速率下随温度变化的软化曲线

Fig.2 Flow softening effect ($\Delta\sigma=\sigma_p-\sigma_{0.8}$) of Ti-4.5Al-6.5Mo-2Cr-2.6Nb-2Zr-1Sn alloy with the increase of deformation temperature at various strain rates

$$\dot{\varepsilon}=A_1\sigma^{n_1}\exp(-Q/RT) \quad (1)$$

$$\dot{\varepsilon}=A_2\exp(\beta\sigma)\exp(-Q/RT) \quad (2)$$

$$\dot{\varepsilon}=A[\sinh(\alpha\sigma)]^n\exp(-Q/RT) \quad (3)$$

式中, $\dot{\varepsilon}$ 为应变速率 (s^{-1}) ; σ 一般为稳态或峰值应力, 本研究取稳态应力(MPa); R 为气态常数, 取 8.314 J·(K·mol⁻¹); Q 为变形激活能(kJ·mol⁻¹); A_1 、 A_2 、 A 、 α ($\alpha=\beta/n_1$)、 n_1 、 n 、 β 均为材料常数。

对 (1) ~ (3) 取对数得:

$$n_1=\frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \ln \sigma}, \quad \beta=\frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \sigma}$$

$$n=\frac{\partial \ln \dot{\varepsilon}}{\partial \ln [\sinh(\alpha\sigma)]} \quad (4)$$

将应变 0.8 对应的稳态应力代入式 (4), 计算制图如图4, 采用最小二乘法进行线性回归, 取平均值得: $n_1=5.2537$, $n=3.8957$, $\beta=0.0622$, $\alpha=\beta/n_1=0.0113$ 。

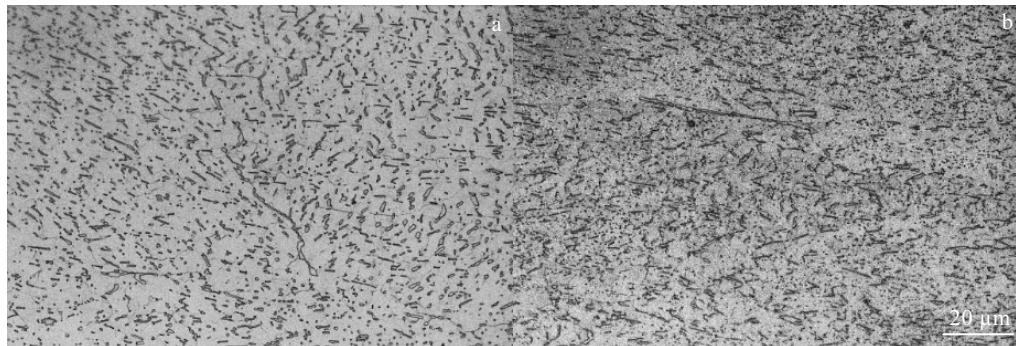


图 3 Ti-4.5Al-6.5Mo-2Cr-2.6Nb-2Zr-1Sn 钛合金在变形温度 780 °C 不同应变速率下的显微组织

Fig.3 Microstructures of the isothermally compressed Ti-4.5Al-6.5Mo-2Cr-2.6Nb-2Zr-1Sn alloy at deformation temperature of 780 °C and strain rates of 0.001 s⁻¹ (a) and 0.01 s⁻¹ (b)

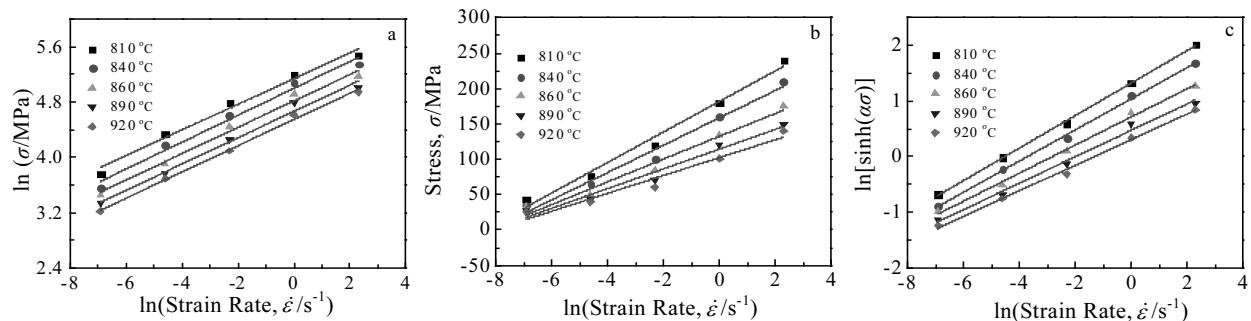


图 4 应变速率与流变应力之间的关系

Fig.4 Relationship between strain rate and flow stress: (a) $\ln\sigma-\ln\dot{\varepsilon}$, (b) $\sigma-\ln\dot{\varepsilon}$, and (c) $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]-\ln\dot{\varepsilon}$

再对式 (3) 取对数:

$$\ln\dot{\varepsilon}=\ln A+n\ln[\sinh(\alpha\sigma)]-Q/(RT) \quad (5)$$

对 (5) 求偏导整理得:

$$Q=Rn\frac{\partial\ln[\sinh(\alpha\sigma)]}{\partial(1000/T)} \quad (6)$$

绘制 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]-1000/T$ 曲线如图 5 所示, 结合公式 (6) 可以得: $Q=342.5509 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ 。

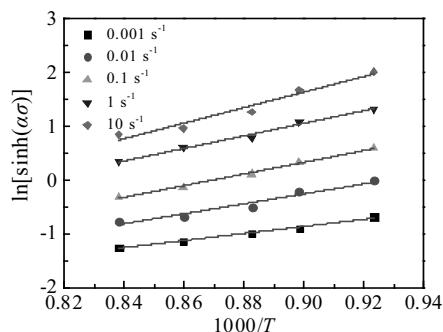


图 5 不同应变速率下 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]-1000/T$ 曲线

Fig.5 $\ln[\sinh(\alpha\sigma)]$ vs $1000/T$ at different strain rates

因此, 在稳态应力处的 Zener-Hollomon 参数 (Z) 以及本构关系可以表示为:

$$Z=\dot{\varepsilon}\exp\left[\frac{3.43\times10^5}{RT}\right] \quad (7)$$

$$\dot{\varepsilon}=\exp(33.10)[\sinh(\alpha\sigma)]^{3.90}\exp(-3.43\times10^5/RT) \quad (8)$$

高温压缩是一个热激活过程, 通过变形激活能可简单判断动态软化行为, 公式如下^[17]:

$$Q_{\text{def}} > Q_{\text{self}} \Rightarrow \text{DXR} \quad (9)$$

$$Q_{\text{def}} \leqslant Q_{\text{self}} \Rightarrow \text{DXV} \quad (9)$$

可见, Ti-4.5Al-6.5Mo-2Cr-2.6Nb-2Zr-1Sn 钛合金的热变形激活能大于纯 β 钛的自扩散激活能 161 $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$, 说明动态再结晶为其主要的软化机制。

4 动态再结晶模型

根据热加工工艺的 2 种软化机制, 钛合金的应力应变曲线可以分为动态回复和动态再结晶 2 种类型。如图 6 所示曲线 a 为只有动态回复软化机制作用下的典型情况, 加工硬化导致流变应力快速上升, 当流变应力达到饱和应力 (σ_{sat}), 动态回复的软化作用和加

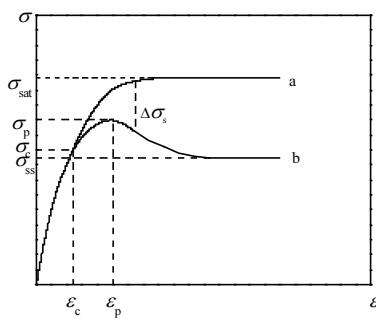


图 6 通过净软化效应测定 DRX 体积分数示意图

Fig.6 Schematic diagram illustrating the method to determine the volume fraction of DRX through the net softening effect

工硬化作用达到动态平衡，此过程位错通过同号位错相互湮灭和异号位错攀移来消耗畸变能，显微组织并无明显的变化^[18]；曲线 b 展示了流变应力达到临界应力 (σ_c) 增速放缓，达到峰值应力 (σ_p) 后开始下降，最后达到动态平衡。

将只有动态再结晶引起的净软化作用^[19]定义为：
 $\Delta\sigma_s = \sigma_{sat} - \sigma$ ，净软化作用的最大值为： $\sigma_{sat} - \sigma_{ss}$ 。因此，动态再结晶的体积分数可以表示为：

$$X = \frac{\sigma_{sat} - \sigma}{\sigma_{sat} - \sigma_{ss}} \quad (10)$$

根据 Polick 和 Jonas 理论，材料发生动态再结晶的临界条件为：

$$\frac{\partial}{\partial \sigma} \left(\frac{\partial \theta}{\partial \sigma} \right) = 0 \quad (11)$$

饱和应力则为 $\theta-\sigma$ 曲线上临界应力所在点的切线的水平截距，如图 7 所示。从图中可以获得 σ_c 、 σ_{sat} 、 σ_p ，并建立与 Zener-Hollomon 参数 (Z) 之间的关系^[20]，如图 8 所示。

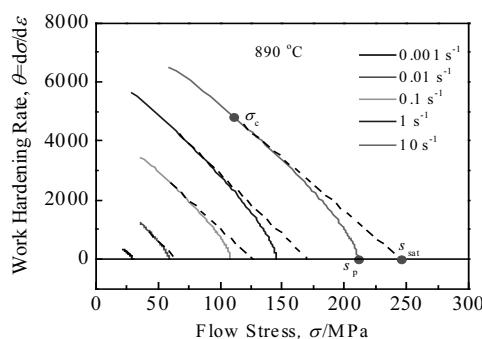


图 7 变形温度 890 °C 的加工硬化曲线

Fig.7 Curves of θ vs σ at temperature of 890 °C

$$\sigma_c = 475.5 - 46.6 \ln Z + 1.44(\ln Z)^2 - 0.01(\ln Z)^3$$

$$\sigma_p = 1795.34 - 159.92 \ln Z + 4.42(\ln Z)^2 - 0.03(\ln Z)^3$$

$$\sigma_{sat} = 2669.35 - 237.85 \ln Z + 6.65(\ln Z)^2 - 0.05(\ln Z)^3 \quad (12)$$

因此，由公式 (10) 可以获得超高强韧钛合金在热加工过程中再结晶体积分数情况，如图 9 所示。

动态再结晶过程主要取决于热塑性变形过程中位错密度大小和分布，而位错的密度和分布依赖于加工工艺^[21]。同时，钛合金对加工工艺极其敏感，具有极窄的加工工艺窗口，确定钛合金动态再结晶工艺对变形参数的依赖性是优化钛合金热变形的关键^[22]。采用常用的 JMAK 模型建立动态再结晶模型^[23]，表达式如下：

$$X_{DRX} = 1 - \exp \left\{ -k_d \left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_c}{\varepsilon_p} \right)^{n_d} \right\} \quad (13)$$

式中， X_{DRX} 为动态再结晶体积分数， ε_c 为临界应变， ε_p 为峰值应变， k_d 、 n_d 为材料常数。为了确定 k_d 、 n_d ，将公式 (13) 两边取对数整理得：

$$\ln[-\ln(1 - X_{DRX})] = \ln k_d + n_d \ln[(\varepsilon - \varepsilon_c)/\varepsilon_p] \quad (14)$$

由公式 (10) 获得的动态再结晶体积分数和已确定的 ε_c 、 ε_p ，可得到 $\ln[-\ln(1 - X_{DRX})]$ 与 $\ln[(\varepsilon - \varepsilon_c)/\varepsilon_p]$ 的线性关系如图 10 所示，从而得到 $k_d=0.017$ 、 $n_d=2.125$ 。

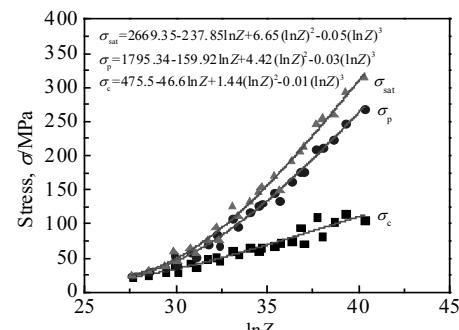
图 8 σ_{sat} 、 σ_p 、 σ_c 与 $\ln Z$ 关系曲线

Fig.8 Relationship between the saturated stress σ_{sat} ，the peak stress σ_p ，the critical stress σ_c and $\ln Z$

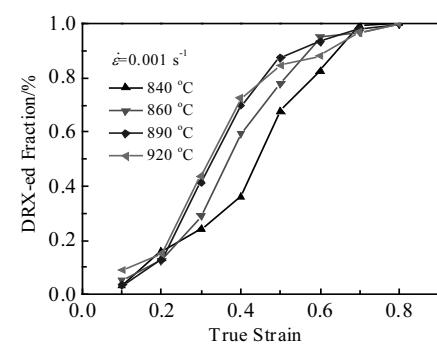


图 9 净软化作用计算的动态再结晶体积分数

Fig.9 Calculated volume fraction of DRX through the net softening effect

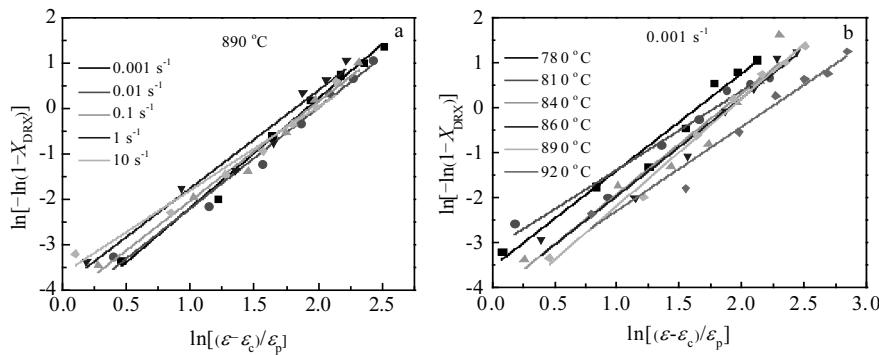
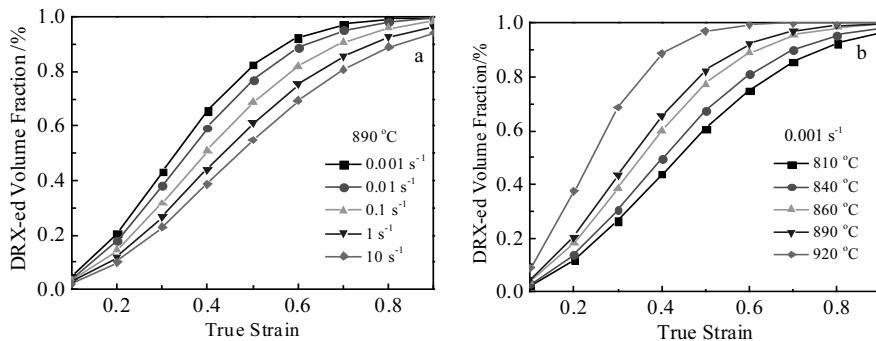
图 10 $\ln[-\ln(1-X_{\text{DRX}})]$ 与 $\ln[(\varepsilon-\varepsilon_c)/\varepsilon_p]$ 关系曲线Fig.10 Curves of $\ln[-\ln(1-X_{\text{DRX}})]$ vs $\ln[(\varepsilon-\varepsilon_c)/\varepsilon_p]$ obtained at different strains (a) and different temperatures (b)

图 11 不同工艺下动态再结晶预测曲线

Fig.11 Predicted volume fraction of DRX obtained at different strain rates (a) and different temperatures (b)

该钛合金的动态再结晶模型为：

$$X_{\text{DRX}} = 1 - \exp \left\{ -0.017 \left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_c}{\varepsilon_p} \right)^{2.125} \right\} \quad (15)$$

如图 11 展示了 Ti-4.5Al-6.5Mo-2Cr-2.6Nb-2Zr-1Sn 钛合金在不同变形工艺下的再结晶体积分数曲线，和净软化的试验数据是相吻合的。

5 结 论

1) 通过研究超高强韧 Ti-4.5Al-6.5Mo-2Cr-2.6Nb-2Zr-1Sn 钛合金在变形温度 780~920 °C、应变速率 0.001~10 s⁻¹ 下的高温变形行为，获得变形激活能： $Q=342.5509 \text{ kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$ ，Arrhenius 本构关系为：

$$\dot{\varepsilon} = \exp(33.10)[\sinh(\alpha\sigma)]^{3.90} \exp(-3.43 \times 10^5 / RT)$$

2) 获得动态再结晶重要参数临界应力 σ_c 、饱和应力 σ_{sat} 、峰值应力 σ_p ，并建立了与 Zener-Hollomon 参数 Z 之间的线性关系。

$$\sigma_c = 475.5 - 46.6 \ln Z + 1.44(\ln Z)^2 - 0.01(\ln Z)^3$$

$$\sigma_p = 1795.34 - 159.92 \ln Z + 4.42(\ln Z)^2 - 0.03(\ln Z)^3$$

$$\sigma_{\text{sat}} = 2669.35 - 237.85 \ln Z + 6.65(\ln Z)^2 - 0.05(\ln Z)^3$$

3) 建立了动态再结晶预测模型，并与实验数据具有一定的吻合性。 $X_{\text{DRX}} = 1 - \exp \left\{ -0.017 \left(\frac{\varepsilon - \varepsilon_c}{\varepsilon_p} \right)^{2.125} \right\}$

参 考 文 献 References

- [1] Cao Chunxiao(曹春晓). *Materials China*(中国材料进展)[J], 2006, 25(1): 17
- [2] Zhu Zhishou(朱知寿). *Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2014, 34(4): 44
- [3] Fan X G, Yang H, Sun Z C et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2010, 527(21-22): 5391
- [4] Ning Yongquan, Xie Binchao, Liang Houquan et al. *Materials & Design*[J], 2015, 71: 68
- [5] Shaban M, Eghbali B. *Materials Science and Engineering A*[J], 2010, 527(16): 4320
- [6] Ji Guoliang, Li Qiang, Ding Kaiyong et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 648: 397
- [7] Jonas J J, Quellenec X, Jiang L et al. *Acta Materialia*[J], 2009, 57(9): 2748
- [8] Li H, Zhao Z L, Guo H Z et al. *Rare Metals*[J], 2017, 36(11): 851
- [9] Yang Jianlei, Wang Guofeng, Jiao Xueyan et al. *Materials Characterization*[J], 2018, 137: 170
- [10] Ning Yongquan, Fu M W, Chen Xi. *Materials Science and Engineering A*[J], 2012, 540: 164

- [11] Matsumoto H, Kitamura M, Li Yunping *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2014, 611: 337
- [12] Jackson M, Jones N G, Dye D *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2009, 501(1-2): 248
- [13] Wang Zhe, Wang Xinnan, Zhu Zhishou *et al.* *Journal of Alloys & Compounds*[J], 2017, 692: 149
- [14] Tan Y B, Ma Y H, Zhao F. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2018, 741: 85
- [15] Li Xuefei(李雪飞), Huang Xu(黄旭), Lijun(黄利军) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2016, 45(3): 793
- [16] Xu Meng(徐猛), Jia Weiju(贾蔚菊), Zhang Zhihao(张志豪) *et al.* *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2017, 46(9): 368
- [17] Shi C J, Mao W M, Chen X G. *Materials Science and Engineering A*[J], 2013, 571(9): 83
- [18] Yin Fei, Hua Lin, Mao Huajie *et al.* *Materials & Design*[J], 2014, 55: 560
- [19] Liang Houquan, Guo Hongzhen, Ning Yongquan *et al.* *Materials & Design*[J], 2014, 63: 798
- [20] Pilehva F, Zarei-Hanzaki A, Fatemi-Varzaneh S M *et al.* *Journal of Materials Engineering and Performance*[J], 2015, 24(5): 1799
- [21] Lv Binjiang, Peng Jian, Shi Dawei *et al.* *Materials Science and Engineering A*[J], 2013, 560: 727
- [22] Chen Fei, Wang He, Zhu Huajia *et al.* *Journal of Manufacturing Processes*[J], 2019, 38: 223
- [23] Lin Y C, Chen Xiaomin, Wen Dongxu *et al.* *Computational Materials Science*[J], 2014, 83(2): 282

High Temperature Deformation Behavior of Ti-4.5Al-6.5Mo-2Cr-2.6Nb-2Zr-1Sn Titanium alloy

Zhang Yong, Wang Fukang, Qu Duo, Ning Yongquan, Wang Min

(Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

Abstract: Titanium alloy with high strength and toughness is the backbone material for manufacturing super-standard aeronautical structures. In this paper, the high temperature deformation behavior of Ti-4.5Al-6.5Mo-2Cr-2.6Nb-2Zr-1Sn titanium alloy was studied by thermal simulation compression experiment. The prediction model of dynamic recrystallization volume fraction at high temperature was established by the critical condition dynamic model. The results show that this study will provide theoretical support for the integrated manufacturing of key structural components with super-large size and complex shape.

Key words: titanium alloy; high temperature deformation; dynamic recrystallization

Corresponding author: Ning Yongquan, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, P. R. China, E-mail: 13279432862@163.com