钛合金 β 晶粒生长规律及晶粒尺寸对 损伤容限性能的影响

马英杰,刘建荣,雷家峰,刘羽寅,杨 锐

(中国科学院金属研究所, 辽宁 沈阳 110016)

摘 要:分别对α+β两相区及β单相区锻造的 TC4 合金在相变点以上温度保温,然后对不同温度条件下原始β晶粒尺寸 进行统计,并测试了几种不同晶粒尺寸下的疲劳裂纹扩展速率及断裂韧性。晶粒尺寸统计结果显示:原始β晶粒尺寸不 仅与热处理温度和时间有关,也与锻造工艺有关。原始β晶粒尺寸与保温时间呈指数关系;在1h条件下原始β晶粒尺寸 并不总是随温度的升高一直增大,在某个温度范围内有一极值;锻造工艺不同,原始β晶粒尺寸波动也不同。从晶粒生 长的热力学及动力学两方面对上述现象进行了分析。力学性能结果显示晶粒尺寸对裂纹扩展速率及断裂韧性均有影响, 并对影响机理进行了分析。

关键词: 钛合金; TC4 合金; 热处理; β晶粒生长; 损伤容限性能
 中图法分类号: TG 146.2⁺3
 文献标识码: A
 文章编号: 1002-185X(2009)06-0976-06

钛合金的力学性能与其显微组织有着密切的联 系,其中原始β晶粒尺寸对钛合金的力学性能有很大影 响,且晶粒尺寸也能影响α晶团尺寸、α片厚度等参 数^[1],从而影响材料力学性能。损伤容限钛合金通常 选取 β 区热加工或 β 区热处理的热工艺,了解不同工 艺下β晶粒生长规律及晶粒尺寸对合金力学性能尤其 是损伤容限性能的影响,对于发展高损伤容限钛合金 具有重要意义。人们在晶粒生长方面已进行了很多研 究, 其中 P. G. Shewmon 和 R. E. Reed-Hill 等人较早便 对晶粒生长的动力学进行了分析^[2,3],据文献[4~6]报 道, 在β区热处理时晶粒的大小随温度及保温时间的 增加而增大。文献[5,7]指出β晶粒的大小与热加工工 艺、加热速率等因素有关。文献[8]对晶界在晶粒生长 中所起的作用进行了阐述, 文献[9]还对短时热处理条 件下晶粒的生长进行了观察。本实验对 2 种原始显微 组织的 TC4 合金原始β晶粒生长规律进行了研究,综 合考察了锻造工艺、短时热处理以及保温时间对β晶 粒尺寸的影响,并对晶粒尺寸对疲劳裂纹扩展速率及 断裂韧性的影响进行了研究。

1 实 验

实验所用材料为 TC4 钛合金。实验选取了 2 种锻造工艺的合金,分别记为 A 类试样和 B 类试样。A 类

试样的锻造工艺为: $φ220 \text{ mm} \times 400 \text{ mm}$ 的坯料首先在 β 区开坯,而后在相变点以下 20~30 ℃锻造成φ85 mm的圆柱。B 类试样的锻造工艺为: $φ220 \text{ mm} \times 400 \text{ mm}$ 的坯料首先在β 区开坯,而后在相变点以上 20~25 ℃ 锻造成φ85 mm的圆柱。图 1a 和图 1b 分别为 A 类和 B 类试样的原始组织照片。可以看出 A 类试样为等轴 组织,而 B 类试样为具有一定晶团尺寸且晶界被破碎 的片层组织。本实验中β晶粒尺寸采用网格法测定,具 体方法如下:在光学显微镜下拍摄多张金相照片,用 网格法测出每个视场下所包含的β晶粒的面积,然后将 不同形状的β晶粒等效成一个直径为d的圆,晶粒尺寸 就用等效直径 d 来表征,并由此计算出平均晶粒尺寸。

$$d_i = \sqrt{4A_i / \pi} = \sqrt{1.27A_i}$$
(1)

$$\overline{d} = \sum d_i / n \tag{2}$$

式中, d_i 为第i个 β 晶粒的等效直径, A_i 为第i个 β 晶粒 的实测面积, \overline{d} 为某热处理制度下的平均晶粒尺寸,n为统计的 β 晶粒数。为了解 β 晶粒尺寸的均匀性,还对 每个热处理条件下晶粒尺寸在 $d_i = \overline{d} \pm 40\%\overline{d}$ 范围内 的数量占统计晶粒总数的比例进行了统计,本文中这

个比例定义为参数
$$\omega = \frac{Bate \overline{c} \overline{d} \pm 40\% \overline{d} \overline{x} \overline{B} \overline{B} \overline{D} \overline{b} \overline{b} \overline{b}}{Bs \overline{x} \overline{d} \overline{b} \overline{b} \overline{b} \overline{b} \overline{b}}$$
, ω 越

收稿日期: 2008-06-21

作者简介:马英杰,男,1981年生,博士生,中国科学院金属研究所钛合金研究部,辽宁 沈阳 110016,电话: 024-23971962, E-mail: yjma@imr.ac.cn

大,所得到的晶粒尺寸越均匀。疲劳裂纹扩展速率试 样采用 B=12.5 mm 的紧凑拉伸试样,平面应变断裂 韧性采用 B=35 mm 的 C(T)试样。

2 结果及分析

2.1 β晶粒生长规律研究

β 晶粒的长大分为再结晶形核和粗化两个阶段。 再结晶形核阶段中,β 晶粒首先在残留β相、晶界、 位错等处形核,形核后逐渐依靠消耗周围的α相长大, 该阶段中β晶粒长大的热力学动力是α相和β相的自 由能之差 $\Delta G_{\alpha\beta}$,直到α相完全转变成β相。相转变完 成后β晶粒通过减小总界面能长大,这一阶段的热力学 动力是界面能的减小。当从动力学角度考虑晶粒长大 时,温度便成为极其重要的影响因素。温度越高原子 的扩散速度越快,晶粒长大速度越快。热力学和动力 学因素同时作用于β晶粒长大的整个过程。这里综合讨 论晶粒生长过程中的热力学及动力学因素,对不同条 件下的β晶粒生长现象进行分析。

2.1.1 短时热处理条件下β晶粒尺寸

图 2 为 A 类和 B 类试样分别在 1000、1060、 1120、1220、1300 ℃保温 2 min 得到的 β 晶粒尺寸变化 曲线。可以看出随着温度的升高, β 晶粒的尺寸逐渐增 大。并且在 1000 ℃至 1120 ℃温度区间内, B 类试样 得到的晶粒尺寸比 A 类试样的大。图 3 为 1000 ℃短 时(2 min)热处理后 2 类试样得到的晶粒形态, B 类试 样的晶粒尺寸约为 A 类试样的 2 倍, 且 B 类试样整个 视场内晶粒尺寸较均匀。保温温度在 1120 ℃以上时 2 类试样得到的晶粒尺寸差别较小。 β 相长大速度对短 时热处理后得到的晶粒尺寸有很大影响。根据相变热 力学,热处理过程中 α 相转变为 β 相的相变驱动力是两 相的化学自由能之差 $\Delta G_{\alpha\beta}$ 。相转变过程中原子不断地 跨越界面由 α 相扩散至 β 相, 而 β 相中也有原子反向扩 散到 α 相中,但二者的频率不同,其差值便促使 β 相的 长大^[10]。 β 相的长大速率(u)可表示为

 $u=b(v_{\alpha\beta}-v_{\beta\alpha})=bvexp(-Q/KT)$ (3) 式中, $v_{\alpha\beta}$ 为原子从 α 相跨越相界面跳越到 β 相的频率, $v_{\beta\alpha}$ 为原子从 β 相跳向 α 相的频率,Q为原子扩散激活 能,K为常数,T为热处理温度。由式(3)看出,当温 度升高时,原子扩散速度加快, β 相的长大速度也加 快,形成的 β 晶粒也就越大。温度低于1120 °C时,相 同温度下A类试样和B类试样得到的晶粒尺寸不同是 由于二者再结晶方式不同,观察发现A类试样主要在 残余 β 相或最大变形畸变处再结晶形核,而B类试样 通常会以晶团为单位形成 β 晶粒,由于晶团尺寸较大, 因此短时热处理后B类试样的 β 晶粒尺寸较大。



图 1 采用 2 种锻造工艺的显微组织

Fig.1 Microstructures of sample A (a) and sample B (b)







图 4 反映了短时热处理后β晶粒尺寸的均匀性,保 温温度低于 1120 ℃时, B 类试样 ω 值明显高于 A 类 试样,在此温度区间内 B 类试样晶粒尺寸更为均匀, 并且随温度升高,两类试样 ω 均增大,表现出均匀化 趋势;保温温度高于 1120 ℃时,二者均匀性基本相同, 并且随温度升高,ω变化不大。低于 1120 ℃的晶粒尺 寸均匀性的差别是由于 A 类试样的热变形温度低于 B 类试样,从而 A 类试样变形相对不均匀,再结晶形核 会优先在塑性变形引起的最大畸变处发生^[11],优先形 核点将在竞争很小的环境中快速生长,造成短时热处 理后 A 类试样晶粒尺寸的不均匀,随着热处理温度升 高,再结晶形核点增多,相邻形核点将互相制约对方



图 4 不同温度保温 2 min 后, 晶粒尺寸在平均晶粒度 ±40%以内的晶粒分数

Fig.4 The percentage of prior β grains sizes of which are at the range of average size $\pm 40\%$ after 2 min-solution

的生长,组织变形不均匀逐渐被减弱,从而晶粒尺寸 均匀性提高。B 类试样则变形相对较均匀,形核位置 也较均匀,短时热处理后得到的晶粒尺寸差别不大。 结合图 2 与图 4 可以发现:在 1120 ℃以下短时间热处 理时,2 种热加工工艺下晶粒尺寸及其均匀性均有较 大差别;而温度超过 1120 ℃以后,二者晶粒的大小及 其均匀性基本相同。

2.1.2 不同温度下保温 1 h 得到的 B 晶粒尺寸

图 5 为 A 类和 B 类试样在不同温度下保温 1 h 后 的β晶粒尺寸。2 类试样在保温温度低于 1200 ℃时晶 粒尺寸随热处理温度升高均变化缓慢,特别是在 1000 ~1120 ℃温度范围内,晶粒尺寸并不是随着温度的升 高而增大,而是在 1060 ℃附近有起伏:对于 A 类试 样,随着温度的升高晶粒尺寸先增加后减小;对于 B 类试样,晶粒尺寸则是先减小后增大,文献[12]也曾 报道了类似的起伏现象,但并没有作出理论分析。保 温温度超过 1200 ℃后,2 类试样的晶粒尺寸随着热处 理温度的升高均迅速增大。





相变完成后继续保温时, β 晶粒便会粗化长大。 由于β 相的总量不再变化,只能通过降低界面能,即 减少界面总量来实现晶粒的生长。晶粒粗化是通过原 子的扩散进行的,而扩散的驱动力是扩散方向上存在 化学位梯度,假设形成的晶粒均为球形,其半径为r, 原子在球形晶粒中的化学位μ为^[13]

 $\mu = (G_v + G_e) + 2\Omega/r \tag{4}$

其中, Ω为摩尔体积; G_v为单位体积的化学自由能; G_e为单位体积的弹性应变能。显然,在 Q(G_v + G_e)不 变的情况下,原子在晶粒中的化学位只与晶粒的半径 有关,半径越小, μ 越大,晶粒越不稳定。因此,原 子总是从小晶粒向大晶粒扩散,造成大晶粒不断长大, 小晶粒不断减小。如果相邻的 2 个晶粒大小相当,则 2 个晶粒生长过程中会互相竞争,均不容易长大; 如 果相邻 2 个晶粒大小相差比较大,便会造成大晶粒迅 速长大,小晶粒减小,直至消失。

由此可见, 晶粒生长粗化与晶粒尺寸的均匀性紧 密相关:尺寸均匀,长大的动力小,晶粒不容易长大; 相反,晶粒就容易长大。应用该理论可以很好地解释 本实验中的实验现象:在1000℃保温2min后,B类 试样的晶粒尺寸是A类试样的2倍(图2),但保温1h 后,A类试样的晶粒尺寸反而比B类试样大很多(图 5)。这是由于在1000℃短时间(2min)保温后,A类试 样的晶粒大小不均匀,ω值为60%,较大晶粒的周围 为小晶粒(图3a),继续保温处理时这些大晶粒会吞并 周围的小晶粒而迅速生长;而在B类试样热处理2min 生成的晶粒尺寸较均匀(图3b),ω值为90%,相邻晶 粒在生长中相互竞争,生长速度受到限制。可以看出 A类试样的晶粒长大驱动力比B类试样大,长大速度 更快。

β 晶粒的生长主要受 2 种因素的控制:热力学因 素和动力学因素,其中热力学因素为总的界面能减少, 即大晶粒生长小晶粒减小;动力学因素则为温度,温 度越高,原子扩散速度越快,越有利于晶粒生长。2 种因素共同作用于晶粒生长的全过程,在某一阶段其 中的一个因素可能成为主要控制因素,在另一个阶段 则可能转变为次要因素。A 类试样在 1000 ℃热处理1 h 后晶粒尺寸大于 B 类试样,就是在同样的动力学条 件下热力学条件不同造成的。

图 5 中晶粒尺寸在 1000 ℃至 1120 ℃区间内随保 温温度变化出现的波动,也可以由短时保温(2 min)后 晶粒的均匀性来解释。短时间(2 min)热处理后 A 类试 样晶粒均匀程度随温度的升高而增加(图 4),晶粒长大 的热力学影响因素减弱,但随着温度升高,扩散速度 加快,受到热力学和动力学因素的同时作用,β晶粒 的尺寸在某一点处产生1个极值,图 5 中这个极值点 在 1060 ℃附近,由于从 1000 ℃到 1060 ℃晶粒尺寸均 匀性提高 10%,热力学影响因素变化不大,因此 1060 ℃处为极大值点,随着温度继续升高晶粒均匀性的增 加使得晶粒尺寸减小。B 类试样在短时(2 min)保温后 的晶粒均匀程度是先增大,在 1060 ℃附近达到最大, 然后保持不变,所以随着温度升高晶粒长大热力学影 响因素减弱,热处理1h后晶粒尺寸也随温度升高减 小,到 1060 ℃左右达到最小,而后由于温度升高,原 子扩散速度提高晶粒尺寸增大。

热处理温度超过 1120 ℃以后,短时热处理得到晶 粒的均匀性基本保持不变,温度控制的动力学因素在 晶粒生长过程中起主导作用,随着原子扩散速度的提 高,晶粒迅速长大(图 5)。热处理温度低于 1120 ℃时, 1 h 热处理后 2 种热加工工艺β晶粒的尺寸有较大差 别;超过 1120 ℃以后,2种热加工工艺下的晶粒尺寸 基本相同。

另外实验测得 3.5 mm 板材在 1000 ℃热处理 1 h 后得到的晶粒尺寸为 280 μm,大小为相同热处理制度 下 A 类试样的 45%, B 类试样的 50%。这也反映出热 加工工艺及变形量不同对β晶粒的生长的影响,变形量 越大再结晶形核点越多,晶粒生长过程中越受到相邻 晶粒的限制,所得到的晶粒越小。

2.1.3 β 晶粒随固溶时间的生长规律

图 6 为不同热处理时间和温度下 A 类和 B 类试样 的β 晶粒尺寸的变化情况。可以看出,在热处理的开 始阶段β 晶粒生长迅速,而后随着时间的增加,生长 速度降低,2 h 后晶粒尺寸变化很小。文献[4]从理论 上推导出β 晶粒的尺寸和时间的关系式:

 $D^n - D_0^n = Ktexp(-Q/RT)$ ⁽⁵⁾

式中, D 和 D₀分别代表晶粒的最终大小和初始大小; t 表示加热的时间; n 代表β 晶粒的生长系数, n 越大 表示晶粒生长速度越慢; R 为气体常数; T 为绝对温 度; Q 表示原子的扩散激活能; K 为常数。晶粒尺寸 和热处理时间大致符合指数增长关系,可见实际得出 的β晶粒随时间的生长规律较好地符合了理论推导结 果。

2.2 晶粒尺寸对断裂韧性及裂纹扩展速率的影响

实验对 2 种晶粒尺寸差异较大的组织进行了平面 应变断裂韧性及疲劳裂纹扩展速率测试,分别为 1000 ℃固溶 30 min 而后 550 ℃时效处理 4 h 得到的晶粒尺 寸约为 450 μm 组织,以及 1300 ℃固溶 1 h 后 550 ℃ 时效处理 4 h 得到的晶粒尺寸约为 2 mm 组织。表 2 列出了 2 种晶粒尺寸下的拉伸性能及断裂韧性值,断 裂韧性测试结果为 *K*q。可见晶粒较小时材料具有较高



图 6 2 类试样 β 晶粒尺寸随热处理温度及时间的变化
 Fig.6 The β-grain size under different solution temperatures vs heat treatment time of sample A (a) and sample B (b)

的抗拉伸强度及塑性,符合赫尔一配奇关系,但同时 断裂韧性值低于具有较大晶粒时的组织。该结果说明 晶粒尺寸对断裂韧性试样裂纹尖端塑性区断裂行为具 有影响,并且作者认为晶粒尺寸较大时裂纹尖端塑性 区尺寸较大是造成断裂韧性较高的根本原因。

疲劳裂纹扩展速率测试结果如图 7 所示。可以看 出 2 种晶粒尺寸下,疲劳裂纹扩展门槛值 ΔK_{th}相同, 均为 9.4 MPa·m^{1/2},随着应力强度因子范围 ΔK 增大, 2 种显微组织 da/dN 差距逐渐显现。在 12 MPa·m^{1/2} ≪ ΔK≪40 MPa·m^{1/2}范围内,1300 ℃固溶得到的粗大晶 粒组织裂纹扩展速率小于 1000 ℃固溶得到的具有较 小晶粒组织。这是由于 ΔK 在门槛值附近时,裂纹尖 端塑性区尺寸较小,均小于晶粒尺寸,此时晶粒尺寸 的差异对塑性区尺寸的差异影响较小,裂纹前端扩展 环境差异较小,从而在塑性区尺寸较小时 2 种晶粒尺 寸的疲劳裂纹扩展速率差别较小。随着 ΔK 增大,塑 性区尺寸增加,塑性区与晶粒的交互作用逐渐明显, 由于塑性区尺寸对疲劳裂纹扩展具有强烈的影响^[14], 造成随着 ΔK 增大晶粒尺寸的差异对裂纹扩展的影响 逐渐增大。

图 8 是 2 种晶粒尺寸下疲劳裂纹扩展路径波动幅度。由图 8 可看出疲劳裂纹在 1300 ℃得到的大晶粒组

表 2 2 种晶粒尺寸试样的拉伸性能及断裂韧性 Table 2 Mechanical properties for the sample of two different grain size

unierent gram size						
Heat	Grain	$\sigma_{ m b}/$	$\sigma_{0.2}$	δ/	ψ/	Kq/
treatment	size/µm	MPa	MPa	%	%	$MPa \cdot m^{1/2}$
1000 °C, 30 min	450	890	820	9.1	22	100
AC+550 °C, 4 h AC						
+550 °C, 4 h AC	2000	850	784	8.2	13.3	116



图 7 2 种 β 晶粒尺寸下疲劳裂纹扩展速率比较

Fig.7 Fatigue crack growth rates for two types of β grain sizes



图 8 2 种晶粒尺寸试样的疲劳裂纹扩展路径波动幅度

Fig.8 Fatigue crack fluctuation range for the sample of two types of grain sizes: (a) fluctuation 0.75 mm for 450 μm grain size obtained from 1000 °C solution and (b) fluctuation 1.30 mm for 2 mm grain size obtained from 1300 °C solution

织中扩展路径波动范围较大(8b),从而降低了沿与远场拉伸垂直方向上的疲劳裂纹扩展速率。当 $\Delta K > 40$ MPa·m^{1/2}时,裂纹扩展速率达到 10⁻³ mm/cycle,显微 组织对裂纹扩展速率没有影响。

3 结 论

在相变点以上短时间(2 min)热处理,A 类
 和 B 类试样β晶粒尺寸均随着热处理温度的升高而增
 加,但 2 类试样得到的晶粒尺寸及其均匀性在 1000~
 1120 ℃热处理温度区间内均有差别。

2) 在相变点以上保温 1 h, β晶粒尺寸并不是单一 地随着温度的升高而增大,而是在一段较低温度范围 内有波动,这一现象与热处理初期形成的晶粒尺寸均 匀性和热处理温度较低有关,是热力学因素和动力学 因素共同作用的结果。

 不同温度下β晶粒尺寸随保温时间而变化,二 者呈现指数关系,符合已有理论推导结果。

4) β晶粒的生长受到热加工工艺、再结晶形核、 保温温度及时间综合因素的影响,热处理温度较低时 (低于 1120 ℃),热加工工艺的影响较明显,超过一定 温度后热处理温度成为影响晶粒生长的主要因素。

5) 粗大的β晶粒有助于提高材料断裂韧性值及抗 疲劳裂纹扩展能力,且晶粒尺寸不同对裂纹尖端塑性 区的影响也不同。

参考文献 References

- [1] Ma Yingjie(马英杰) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J], 2005, 34(Suppl.3): 19
- [2] Shewmon P G. Transformations in Metals[M]. New York: [s.n.], 1969: 116
- [3] Reed-Hill R E. *Physical Metallurgy Principles*[M]. New York: [s.n.], 1973: 298
- [4] Gil F J et al. Mater Sci Eng[J], 2000, A283: 17
- [5] Semiatin S L et al. Mater Sci Eng[J], 2001, A299: 225
- [6] Semiatin S L et al. Scripta Metallur Meterialia[J], 1994, 30: 951
- [7] Bolisowa E A ed. Translated by Chen Shiqing (陈石卿).
 Metallography of Titanium Alloys(钛合金金相学)[M]. Beijing: Defense Industrial Press, 1986: 235
- [8] Boswell E et al. Titanium'95: Science and Technology[C]. [S. I.]: AIME, 1995: 2446
- [9] Semiatin S L et al. Acta Mater[J], 1996, 44: 1979
- [10] Sun Zhenyan(孙振岩). Diffusion and Phase Transformation in Metal(合金中的扩散与相变)[M]. Shenyang: Northeastern University Press, 2002: 119
- [11] Gelilik S S ed. Translated by Tong Jianmin(全健民).
 Recrystallization in Metal and Alloys(金属和合金的再结晶)[M]. Beijing: China Machine Press, 1999: 29
- [12] Ivasishin O M et al. Mater Sci Eng[J], 2002, A332: 343
- [13] Pan Jinsheng(潘金生). Foundation of Material Science(材料 科学基础)[M]. Beijing: Tsinghua University Press, 1998: 583
- [14] Suresh S ed. Translated by Wang Zhongguang (王中光) et al.
 Fatigue of Materials(材料的疲劳)[M]. Beijing: Defense Industrial Press, 1999: 237

β-Grain Growth and Influence of Its Grain Size on Damage-Tolerance Property in Titanium Alloy

Ma Yingjie, Liu Jianrong, Lei Jiafeng, Liu Yuyin, Yang Rui

(Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, China)

Abstract: The purpose of the present study is to know the influences of thermo-mechanical processing and heat-treatment on the prior β -grain size of TC4 titanium alloy, and the influence of grain size on damage-tolerance properties is also discussed. The average β -grain sizes under different thermo-mechanical processing and solution treatment conditions were measured. Noticeable difference of β -grain growth behavior was found between $\alpha+\beta$ forged and β forged TC4 alloy under the same heat-treatment conditions. The exponential relationship between β -grain size and solution time was presented. The results show that β -grain size does not always increase with increasing of solution-treatment temperature; a limit value of the grain size will appear in certain temperature region. For different forging process, the fluctuation of the prior β -grain size is different. This phenomenon is discussed in terms of grain growth thermodynamics and kinetics laws. Damage-tolerance properties results show that grain size has noticeable influence on fatigue crack growth rate and fracture toughness property.

Key words: titanium alloys; TC4 alloy; heat-treatment; β -grain growth; damage-tolerance property

Biography: Ma Yingjie, Candidate for Ph. D., Research Laboratory of Titanium Alloy, Institute of Metal Research, The Chinese Academy of Sciences, Shenyang 110016, P. R. China, Tel: 0086-24-23971962, E-mail: yjma@imr.ac.cn