

显微组织均匀性对片层 Ti-55531 合金 高周疲劳裂纹萌生的影响

黄朝文^{1,2}, 赵永庆^{1,2}, 辛社伟², 周伟², 李倩², 曾卫东¹

(1. 西北工业大学 凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072)

(2. 西北有色金属研究院, 陕西 西安 710016)

摘要: 采用高周拉压疲劳试验, 测试了片层 Ti-55531 合金的室温高周疲劳性能。利用 TEM、SEM 等分析检测方法, 研究了近裂纹源区次生裂纹特征, 以及显微组织均匀性对高周疲劳裂纹萌生的影响。结果发现: 该片状 Ti-55531 合金室温高周疲劳强度 σ_1 (1×10^7) 可达 639 MPa。合金显微组织中含少量晶界 α 和大量 10~50 μm 大小的组织不均匀区, 疲劳变形时, 晶界 α 处开裂或组织不均匀区内次生 α_s 断裂、 α_s/β_s 界面处开裂等萌生微裂纹, 促进合金的疲劳失效。

关键词: Ti-55531 钛合金; 组织均匀性; 高周疲劳; 裂纹萌生

中图法分类号: TG146.2+3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2017)03-0663-06

因具有较高的比强度、良好的韧性和良好的疲劳性能等综合性能, 亚稳定 β 钛合金广泛用于航空航天领域^[1,2]。但由于冶炼和热加工技术不足, 以及较高的 β 稳定元素含量, 亚稳定 β 钛合金中常出现微区的成分偏析^[3], 形成富 α 区或富 β 区(β 斑)^[4,5], 导致合金的组织不均匀, 整体变形协调性差, 严重损伤零部件的塑性及疲劳性能^[6-8]。

关于晶界 α 和 β 斑对亚稳 β 钛合金力学性能影响的文献报道已有很多。总的来说, 合金组织中晶界 α 和 β 斑强烈降低合金的室温拉伸塑性和低周疲劳性能, 裂纹沿 β 斑内的原始 β 晶界扩展形成沿晶脆性断裂, β 斑内的原始 β 晶界和晶界 α 处萌生裂纹是导致合金早期断裂的原因^[9,10]。但目前的研究主要集中于晶界 α 及 100 μm 以上范围 β 斑的影响, 对于小于 100 μm 的微区组织不均匀性的影响研究偏少。一般来说, 疲劳微裂纹(尺寸 $\leq 100 \mu\text{m}$ 的裂纹)的萌生主要受 100 μm 以内尺寸显微组织的影响。所以, 组织不均匀性对合金性能的影响, 尤其是微区组织不均匀性对合金疲劳微裂纹萌生的影响还有待进一步的研究。基于此, 本研究以当前国际最新的高强韧钛合金 Ti-55531 (Ti-5Al-5Mo-5V-3Cr-1Zr) 为研究对象, 结合近疲劳源区的次生裂纹特征, 探讨合金微区组织不均匀性对疲劳微裂纹萌生行为的影响。以期亚稳定 β 钛合金疲劳微裂纹萌生行为提供参考。

1 实验

根据合金高周疲劳断口裂纹源区形貌, 结合近裂纹源处次生裂纹特征, 合理的推断疲劳微裂纹萌生原因以及与微区组织不均匀性的关系, 再利用疲劳变形微观组织特征验证推断结果的合理性。

本研究所用的 Ti-55531 合金原料是由西部超导材料科技有限公司提供的 $\Phi 350 \text{ mm}$ 成品棒。所有实验材料均取自该棒材, 合金的相变点为 $(830 \pm 5) ^\circ\text{C}$ 。对试样采用 $860 ^\circ\text{C}/2 \text{ h}/\text{AC} + 600 ^\circ\text{C}/6 \text{ h}/\text{AC}$ 的热处理工艺, 获得片层组织。高周疲劳试样加工成总长为 71 mm, 中心最小直径为 5 mm 的漏斗型试样。利用升降法在 QBG-100 高频疲劳试验机上进行室温高周拉压疲劳试验, 采用应力幅值控制模式, 应力比 R 为 -1, 频率 f 约为 100 Hz。

合金金相和疲劳断口形貌利用 JSM-6700F 扫描电镜观察分析。断口形貌观察后, 磨掉断口粗糙面, 抛光腐蚀后观察近疲劳源处的二次裂纹及组织特征, 如图 1 所示, 方法详见文献[11]。在疲劳断口附近垂直于轴向取样制作 TEM 箔膜样, 采用 JEM 200CX 透射电镜分析合金显微组织的疲劳变形微观位错结构特征。

2 结果与讨论

2.1 初始显微组织

收稿日期: 2016-03-12

基金项目: 国家自然科学基金项目 (51471136); 国家国际科技合作 (中法合作) 项目 (2015DFA1430)

作者简介: 黄朝文, 男, 1988 年生, 博士生, 西北工业大学凝固技术国家重点实验室, 陕西 西安 710072, E-mail: huangchaowen318@163.com

合金经热处理后组织如图 2 所示，显微组织由粗大原始 β 晶粒内析出细小次生 α_s 片和残余 β (β_r) 片层交错排列组成。合金显微组织存在微区组织不均匀性，

晶内有大量微小的组织不均匀区(图 2a)，尺寸范围为 10~50 μm 。相对于组织均匀区，组织不均匀区内析出的 α_s 较少，且尺寸粗大。另外，少数晶界处有长条晶界 α 析出(图 2b)。无论是晶内的组织不均匀微区，还是晶界 α 对合金的疲劳损伤行为都有显著影响。

2.2 室温高周疲劳性能

根据疲劳测试结果绘制出片层 Ti-55531 合金高周疲劳 $S-N$ 曲线(图 3)。由图 3 可知，片层 Ti-55531 合金的高周疲劳强度 $\sigma_{-1}(1 \times 10^7)$ 约为 639 MPa，是其屈服强度的 0.57 倍。文献[12]测得同类合金 Ti-5553 片层组织的 $\sigma_{-1}(1 \times 10^7)$ 为 500 MPa，与之相比，本合金的高周疲劳强度是其 1.28 倍。但是合金的疲劳数据较分散，稳定性较差，可能与合金的微区组织不均匀有一定关系。以下从疲劳断口特征进一步分析合金疲劳损伤与组织的相关性。

2.3 疲劳裂纹源区形貌

对疲劳断口形貌观察，疲劳源区形貌特征如图 4 所示。根据对所有试样的疲劳断口形貌观察及统计分析可知，疲劳源位于离试样表面 50~200 μm 的次表面处。疲劳源具体位置既可在原始 β 晶界处(图 4a)，也可在 β 晶粒内(图 4b)，且疲劳源位置与应力幅值和疲劳寿命长短无关。关于疲劳裂纹易在晶界处萌生的文献报道^[12,13] 已有很多，其原因有：晶界 α 断裂、晶界 α 与原始 β 晶界处开裂或 2 种因素共同作用萌生疲劳裂纹。本研究的侧重点是疲劳裂纹在原始 β 晶粒内萌生的原因，以及与微区显微组织均匀性的联系。研究发现，晶内片束中次生 α_s 及 α_s/β_r 相界和晶界处晶界 α 及晶界 α /原始 β 界面有很多相似之处，如晶粒内次生 α_s 同晶界 α 都是相对较软相^[14]，合金中组织不均匀的微区内粗片状的次生 α_s 形态与长条的晶界 α 也相似，循环变形时较均匀组织区内的细针状次生 α_s 更易发生较大塑性变形及早期断裂。另外，晶内的次生 α_s/β_r 相界和晶界处的晶界 α /原始 β 晶粒界面性质也相似。

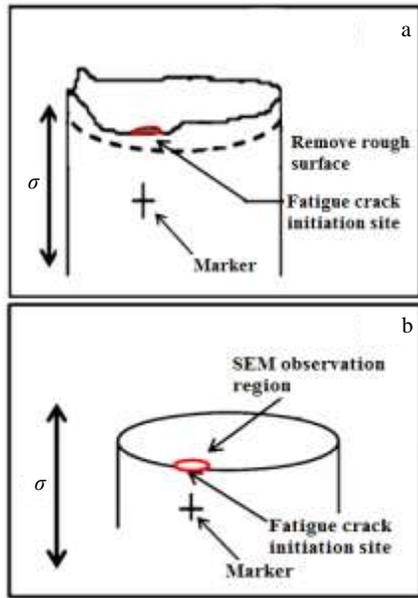


图 1 近疲劳源区次生裂纹特征试样取样位置

Fig.1 Schematical illustration for SEM observation of second cracks near fatigue crack initiation site: (a) rough surface is removed as indicated by the dotted line and (b) sample ready for SEM observation

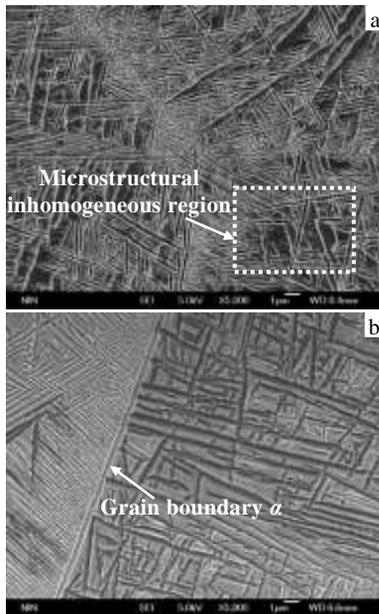


图 2 860 $^{\circ}\text{C}/2 \text{ h}/\text{AC}+600 \text{ }^{\circ}\text{C}/6 \text{ h}/\text{AC}$ 处理后合金的片层组织
Fig.2 Lamellar microstructure of Ti-55531 alloy after heat treatment: (a) microstructural inhomogeneous region and (b) grain boundary α

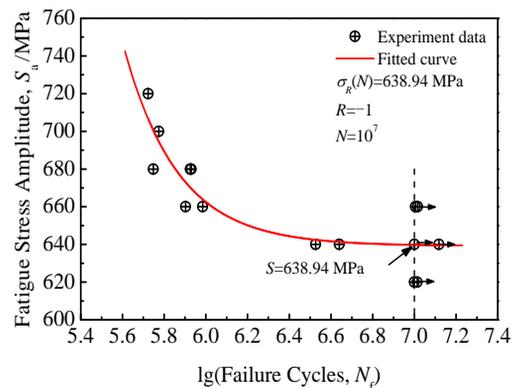


图 3 片层 Ti-55531 合金的 $S-N$ 曲线

Fig.3 $S-N$ curve of lamellar Ti-55531 alloy at room temperature

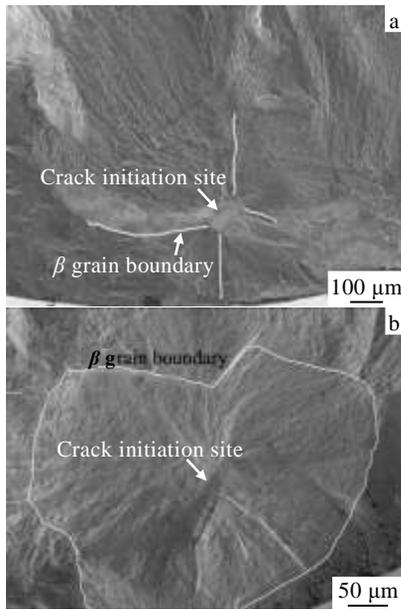


图 4 疲劳断口疲劳源区形貌

Fig.4 Crack initiation region morphologies: (a) subsurface-crack initiated at grain boundary (loading 660 MPa, life 9.66×10^5 cycles) and (b) subsurface-crack initiated into grain (loading 680 MPa, life 8.51×10^5 cycles)

所以，可以借鉴晶界处萌生裂纹的研究结果来研究晶粒内裂纹萌生的原因。由此可推断，晶粒内萌生疲劳裂纹的原因也有 3 种：粗片状次生 α_s 断裂、次生 α_s/β_r 相界开裂或 2 种因素共同作用萌生疲劳裂纹。但是，此推断的正确合理性需进一步确认。以下从疲劳源区附近的次生裂纹特征进一步研究确认晶内萌生微裂纹的原因。

2.4 次生裂纹扩展特征

为了深入研究片层 Ti-55531 合金疲劳裂纹的萌生行为，将疲劳断口粗糙面去掉(图 1)，精磨抛光腐蚀后观察近疲劳源区的疲劳次生裂纹特征如图 5 所示。由图 5 可知，合金疲劳裂纹可沿原始 β 晶界扩展(图 5a)，也可在原始 β 晶粒内扩展并穿过晶界向邻近晶粒内扩展(图 5b)。微裂纹萌生于晶界处(图 4a)或晶粒内(图 4b)，在不断的循环载荷下，晶界微裂纹沿较软的晶界 α 或原始 β 晶界扩展连接形成沿晶长裂纹(图 5a)，晶内微裂纹在晶内扩展至晶界处穿过晶界沿相邻晶粒继续扩展，从而形成穿晶长裂纹(图 5b)。对于尺寸更短的疲劳次生裂纹特征，还需进一步观察分析。

2.5 次生裂纹尖端特征

上述结果只是扩展至 100 μm 左右的长裂纹形态特征，不能解释小于 100 μm 的微裂纹特征及裂纹萌生行为。所以将断口继续向下抛光，观察次生裂纹的尖

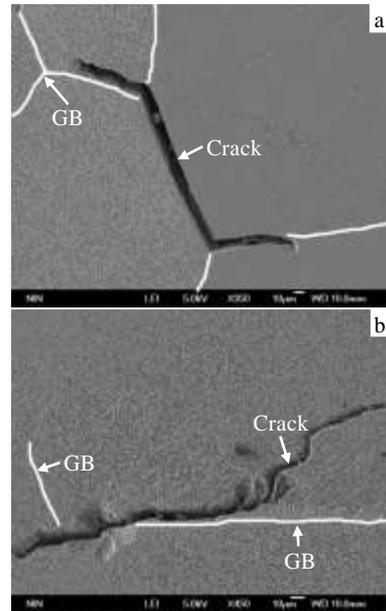


图 5 合金疲劳次生裂纹扩展特征

Fig.5 Fatigue secondary microcrack propagation features: (a) intergranular propagation and (b) transgranular propagation

端特征，如图 6 所示。由图 6 可知，图 2 中的显微组织不均匀区经疲劳变形后，其金相组织相对组织均匀区更加明显，如图 6a 中箭头所示。经放大观察可知，组织不均匀区经疲劳变形后产生了大量微裂纹，最长微裂纹扩展至整个组织不均匀区(图 6b)。进一步放大观察到，大量微裂纹产生于组织不均匀区内的 α_s 及残留 β 相界面处(图 6c、6d)，少量形成于 α_s 片内(图 6c 中 1 处)，并且微裂纹沿着较软 α_s 相及 α_s/β_r 界面扩展^[15]。由此验证了 2.3 节中推断的合理性，即粗片状次生 α_s 断裂、次生 α_s/β_r 相界开裂或 2 种因素共同作用是晶粒内疲劳裂纹萌生的原因。但是这只是直观形貌观察结果，对于其形成机理还需从微观组织的疲劳变形特征进一步分析解释。

2.6 疲劳试样微观组织的位错组态

图 7 为片层 Ti-55531 合金疲劳变形后微观组织的位错组态 TEM 照片。根据 TEM 组织照片，可能导致裂纹萌生于晶粒内的微观组织变形特征有以下几种形态：(1) 位错首先在 α_s/β_r 界面处产生，分别向 α_s 和 β 相内运动形成平行排列的位错线。其中 α 内的位错线细小且密集， β 相内的位错线相对粗大且稀疏，而且个别位错线前端发生分叉形成“Y”字型，如图 7a 所示。原因是长片状的 α_s 和残留 β_r 基体的结构和性能差别较大，在循环变形过程，两者的变形不均匀。而 α_s/β_r 相交界处是变形最薄弱环节，最早发生位错开动，形成

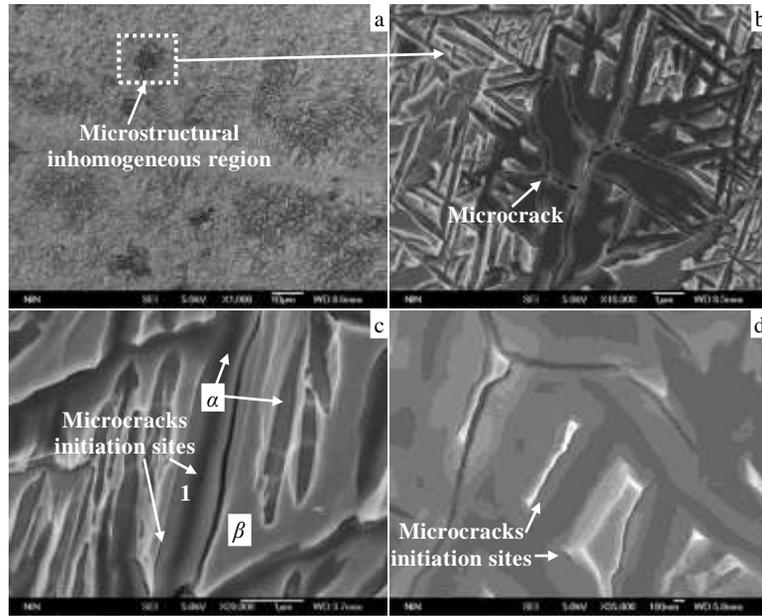


图 6 疲劳次生裂纹尖端特征

Fig.6 Fatigue secondary microcrack features: (a) β -rich regions, (b) microcracks formed into β -rich region, and (c, d) microcracks initiated at α/β interfaces and into softer α_s , microcracks propagated along α/β interfaces and α_s

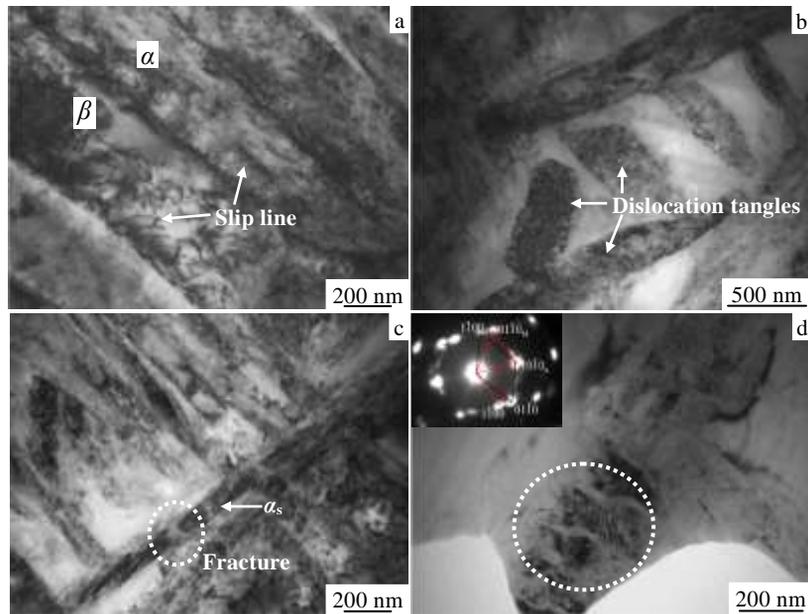


图 7 疲劳试样微观组织位错组态 ($S_a=640\text{ MPa}$, $N_f=3.36\times 10^6\text{ cycles}$)

Fig.7 Dislocation structure of fatigue samples: (a) slip line initiation at interface, (b) dislocation tangles into α_s , (c) fractured α_s , and (d) $\{10\bar{1}0\}$ twins

大量平行的滑移线。较软的 α_s 较早发生塑性变形，位错密度相对较大。界面处滑移线也易形成“驻留滑移带”，在循环载荷下，驻留滑移带形成“挤出”和“凹入”，进一步产生应力集中，导致微裂纹的萌生^[16]。(2) α_s 相内和 α_s/β 界面处形成高密度的位错缠结(图 7b)，

促进 α_s 相的断裂或破碎形成微裂纹。另外， α_s 相内高密度位错促使裂纹在滑移带处萌生(图 6c 中 1 所示)。(3) 在较大变形累积下， α_s 堆积大量位错，导致应力集中发生断裂，如图 7c 所示，这也是疲劳微裂纹萌生的原因之一。(4) 部分 α_s 相在循环变形过程，产生了孪生变

形, 形成了平行排列的 $\{10\bar{1}0\}_\alpha$ 型孪晶(图 7d)^[15]。该孪晶是钛合金中 α 相的典型机械孪晶^[17]。而且孪晶在循环变形过程又产生了二次孪晶。孪晶与周围组织变形不协调导致孪晶界面开裂^[18]也是微裂纹萌生于 α_s 片内的原因之一。

由此可知, 显微组织疲劳变形微观位错特征进一步验证了 2.3 节推论的正确性, 即微裂纹萌生于晶粒内的微观机制有以下几种形式: α_s/β_r 相界面堆积位错, 应力集中形成微裂纹^[16]; 较软的 α 相(包括晶界 α 相)循环变形时发生断裂, 形成微裂纹; α_s 相内孪晶界处堆积位错形成微裂纹^[18]。其中 α_s/β_r 界面处萌生裂纹是最主要的晶内微裂纹萌生形式。

综上所述, 由于合金显微组织中含少量晶界 α 和大量 10~50 μm 大小的组织不均匀区, 疲劳变形时, 合金整体变形协调性差。循环变形时, 晶界 α 、组织不均匀区内次生 α_s 内、 α_s/β_r 界面处易堆积位错产生应力集中, 导致裂纹萌生(图 6 和图 7), 晶界 α 和组织不均匀微区是变形薄弱处。晶内微裂纹沿相界面或较软的 α 相扩展长大、桥接形成长裂纹(图 6)。若微裂纹萌生于晶界处, 则其可沿较软的晶界 α 和原始 β 晶界扩展形成长裂纹(图 5a)。由此说明, 显微组织均匀性对合金的高周疲劳损伤性能尤其是对疲劳裂纹萌生有显著的影响。

3 结 论

1) 所研究片层 Ti-55531 合金有较高的高周疲劳强度 $\sigma_{-1}(1 \times 10^7)$ 639 MPa。

2) 合金显微组织含大量组织不均匀微区和少量晶界 α , 组织不均匀区内析出次生 α_s 数量较少, 尺寸较大。

3) 循环变形时, 晶界 α 、组织不均匀区内次生 α_s 内、 α_s/β_r 界面处易堆积位错导致应力集中, 萌生裂纹。

4) 相邻组织不均匀区内的微裂纹扩展连接形成长裂纹, 穿过晶界向邻近晶粒内扩展导致穿晶断裂, 晶界 α 处萌生的微裂纹沿晶扩展形成长裂纹导致沿晶开裂。

参考文献 References

[1] Boyer R R, Briggs R D. *Journal of Materials Engineering and Performance*[J], 2013, 22(10): 2916
 [2] Ahmed M, Savvakini D G, Ivasishin O M et al. *Materials*

Science and Engineering A[J], 2014, 605(6): 89

- [3] Zhao Yongqing(赵永庆), Liu Junlin(刘军林), Zhou Lian(周廉). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2005, 34(4): 531
 [4] Lü Yifan(吕逸帆), Meng Xiangjun(孟祥军), Li Shikai(李士凯). *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2008, 37(S3): 544
 [5] Hou Zhimin(侯智敏), Zhao Yongqing(赵永庆), Zhang Pengsheng(张鹏省) et al. *Titanium Industry Progress*(钛工业进展)[J], 2014, 13(2): 93
 [6] Terlinge G T, Duerig T W, Williams J C. *Metallurgical Transactions A*[J], 1983, 14A(10): 2102
 [7] Zhou Yigang(周义刚), Yu Hanqing(俞汉清), Zhang Hengbi(张恒毕) et al. *Journal of Northwestern Polytechnical University* (西北工业大学学报)[J], 1990, 8(4): 425
 [8] Yu Hanqing (俞汉清), Zeng Weidong (曾卫东), Hu Xianhong (胡鲜红) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 1995(5): 23
 [9] Zhou Yigang(周义刚), Yu Hanqing(俞汉清), Zeng Weidong (曾卫东) et al. *Acta Metallurgica Sinica*(金属学报)[J], 1992, 28(12): 23
 [10] Zeng Weidong, Zhou Yigang, Yu Hanqing. *Journal of Materials Engineering and Performance*[J], 2000, 9(2): 222
 [11] Tan C, Li X, Sun Q et al. *International Journal of Fatigue*[J], 2015, 75: 1
 [12] Lütjering G, Williams J C. *Titanium*[M]. Berlin: Springer, 2007
 [13] Foltz J W, Welk B, Collins P C et al. *Metallurgical and Materials Transactions A*[J], 2011, 42(3): 645
 [14] Xin Shewei(辛社伟), Zhao Yongqing(赵永庆). *Heat Treatment of Metals*(金属热处理)[J], 2006, 31(9): 39
 [15] Huang Chaowen, Zhao Yongqing, Xin Shewei et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 682: 107
 [16] Chen Wei(陈威), Sun Qiaoyan(孙巧艳), Xiao Lin(肖林) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2012, 41(11): 1911
 [17] Li C, Chen J, Li W et al. *Journal of Alloys and Compounds*[J], 2015, 627: 222
 [18] Zhang Z J, Zhang P, Li L L et al. *Acta Materialia*[J], 2012, 60(6-7): 3113

Influence of Microstructure Homogeneity on High-Cycle Fatigue Crack Initiation of Ti-55531 Alloy with Lamellar Microstructure

Huang Chaowen^{1,2}, Zhao Yongqing^{1,2}, Xin Shewei², Zhou Wei², Li Qian², Zeng Weidong¹

(1. State Key Laboratory of Solidification Processing, Northwestern Polytechnical University, Xi'an 710072, China)

(2. Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, China)

Abstract: The influence of microstructure homogeneity on crack initiation behavior under high-cycle fatigue (HCF) test at room temperature was studied in Ti-55531 alloy with lamellar microstructure by TEM and SEM. The results show that the HCF strength of Ti-55531 alloy could be as high as 639 MPa. However, a small amount of grain boundary (GB) α and a large number of inhomogeneous regions in microstructure significantly affect the HCF behavior of lamellar Ti-55531 alloy. Fatigue microcracks mainly initiate at interfaces between α_s and β_r phases owing to their different structures and properties. Moreover, a small amount of microcracks initiate at GB α and α_s phases during fatigue.

Key words: Ti-55531 titanium alloy; microstructure homogeneity; high-cycle fatigue; crack initiation

Corresponding author: Zhao Yongqing, Professor, Northwest Institute for Nonferrous Metal Research, Xi'an 710016, P. R. China, Tel: 0086-29-86250729, E-mail: trc@c-nin.com