

# 高压扭转工艺对 TA15 钛合金组织和性能的影响

薛克敏, 孙建辉, 纪小虎, 郭威威, 李萍

(合肥工业大学, 安徽 合肥 230009)

**摘要:** 通过高压扭转工艺制备不同扭转圈数的 TA15 试样, 利用金相观察、X 射线衍射分析和显微硬度测试, 分析高压扭转工艺对 TA15 钛合金组织和性能的影响。结果表明, 变形后试样显微组织沿径向分布不均匀, 随着扭转圈数增加, 组织中粗大的初生等轴  $\alpha$  相逐渐减少, 晶粒细化效果明显, 材料在(200)晶面出现择优取向; 高压扭转变形后, 材料的亚晶尺寸减小, 微观应变和位错密度显著增加; 变形后试样的显微硬度显著提高, 且随着扭转圈数的增加, 硬度逐渐增加, 扭转圈数大于 4 圈时, 显微硬度值趋于饱和。

**关键词:** TA15 钛合金; 高压扭转; 显微组织; 显微硬度

中图法分类号: TG379; TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2019)04-1189-06

钛及钛合金因具有密度小、耐热性好、比强度高等优点, 在航空航天工、石油化工、化学工业、生物医学等领域得到广泛应用, 已经成为发展新技术、新工艺和新装备必不可少的金属材料<sup>[1]</sup>。TA15 钛合金是一种高铝含量的近  $\alpha$  型钛合金, 具有中等的室温和高温强度, 热稳定性和焊接性能优异, 工艺塑性较好, 多用于制造飞机结构件或发动机零部件<sup>[2-4]</sup>。为了使钛合金满足实际应用的要求, 传统的方法主要是通过形变热处理获得理想的显微组织状态, 来提高钛合金的综合性能<sup>[5-7]</sup>。

近年来, 大塑性变形工艺由于其具有良好的操作性和适用性, 被广泛地应用于制备超细晶材料, 进而提高材料的力学性能<sup>[7]</sup>。高压扭转工艺是一种典型的大塑性变形工艺, 其工艺原理<sup>[8]</sup>如图 1 所示, 在试样轴向施加压力, 同时通过下模转动在试样横截面施加扭矩, 具有强烈的剪切作用和高的静水压力, 可以有效改善组织分布, 细化晶粒, 提高材料强度<sup>[9]</sup>。目前, 对钛及钛合金的高压扭转研究主要集中在纯钛和部分两相或  $\beta$  型钛合金<sup>[10-14]</sup>, 对  $\alpha$  型钛合金或近  $\alpha$  钛合金的高压扭转研究鲜有报道。

本工作对 TA15 钛合金进行不同圈数的高压扭转

试验, 研究高压扭转工艺对试样显微组织演化和硬度等性能的影响规律。

## 1 实验

本实验原材料是由北京航空材料研究院提供的 TA15 钛合金棒材, 其化学成分如表 1 所示。通过差热分析法测定该合金的  $(\alpha+\beta)/\beta$  相变点为 990 °C。材料的初始组织如图 2 所示, 由大量的初生等轴  $\alpha$  相和少量的  $\beta$  转变组织 ( $\beta_T$ , 由片状  $\alpha$  相和晶间  $\beta$  相组成) 组成, 是典型的等轴组织。

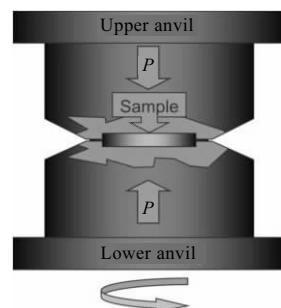


图 1 高压扭转工艺原理示意图

Fig.1 Schematic illustration of HPT processing<sup>[8]</sup>

表 1 TA15 钛合金化学成分

Table 1 Chemical composition of TA15 titanium alloy (ω/%)

Al	Mo	V	Zr	C	Fe	Si	O	N	H	Ti	Bal.
6.78	1.70	2.31	2.00	0.0096	0.04	0.017	0.11	0.011	0.0048		

收稿日期: 2018-04-15

基金项目: 国家自然科学基金 (51575153, 51175137)

作者简介: 薛克敏, 男, 1963 年生, 博士, 教授, 合肥工业大学材料科学与工程学院, 安徽 合肥 230009, 电话: 0551-62905110, E-mail: xuekm0721@sian.com

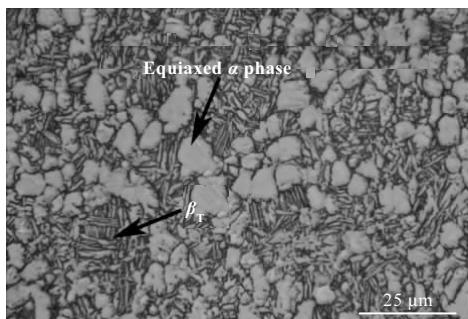


图 2 TA15 钛合金初始显微组织

Fig.2 Initial microstructure of TA15 titanium alloy

将 TA15 钛合金棒材加工成  $\Phi 10 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$  的圆饼，在 RZU200HF 高压扭转专用液压机上进行高压扭转试验，模具结构为半限制型，上下模带有圆形凹坑，上模固定，下模可以转动。实验时模具温度 400 °C，坯料温度 900 °C，扭转速度 1 r/min，压力 5 GPa，扭转圈数分别为 1、2、4、8。采用 MR2000 型金相显微镜观察试样变形前后的显微组织，采用 D/MAX2500VL/PC X 射线衍射仪分析试样变形前后的物相组成，采用 MH-3 型数字式显微硬度计进行显微硬度测试。

## 2 结果与分析

### 2.1 显微组织演变分析

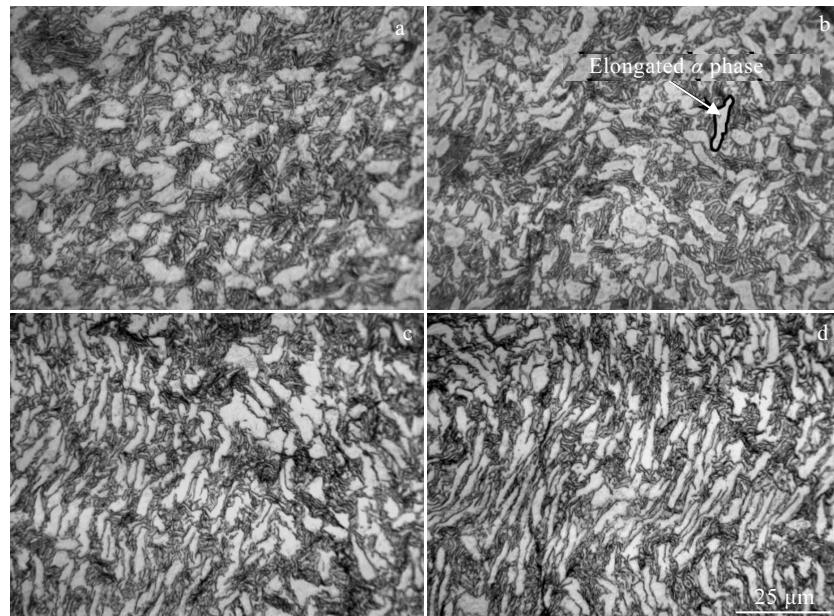


图 3 不同扭转圈数试样中心处的显微组织

Fig.3 Microstructures of samples at the center with different turning numbers: (a)  $N=1$  turn, (b)  $N=2$  turn, (c)  $N=4$  turn, and (d)  $N=8$  turn

图 3 是不同扭转圈数试样在中心处的显微组织。试样中心处主要受轴向压缩作用，从图 3a 可以看出，在扭转 1 圈时试样中心部位的等轴  $\alpha$  相与原始组织相比变化不大，在扭转 2 圈时有被拉长的趋势（图 3b），随着扭转圈数的增加，等轴  $\alpha$  相被拉长的趋势越来越明显，扭转 4 圈时，等轴  $\alpha$  相呈现出一定的扭转方向性（图 3c），在扭转 8 圈时，这种扭转方向性尤为明显，片层  $\alpha$  相开始破碎（图 3d）。理想状态下，中心处的理论剪切应变为 0，但在实际变形过程中，试样中心附近的晶粒受到剪切应力产生变形，由于材料变形的连续性和协调性，会带动中心部位的晶粒发生剪切变形，而且随着圈数的增加，试样中心附近累积的剪切应变越大，中心部位的晶粒变形也越剧烈，被拉长的趋势也越明显。

图 4 是不同扭转圈数试样半径  $R=2.5 \text{ mm}$  处的显微组织。当扭转 1 圈时，初生  $\alpha$  相的形貌与中心处有明显不同，初生等轴  $\alpha$  相被拉长扭转，部分开始破碎，片状  $\alpha$  变得模糊，晶粒有一定的细化效果，随着扭转圈数的增加，细化效果越明显。扭转 2 圈时，初生  $\alpha$  相有呈带状分布的趋势，还存有部分粗大的等轴  $\alpha$  相，片状  $\alpha$  相已无法分辨；扭转 4 圈时，只有少量的粗大等轴  $\alpha$  相存在于原始  $\beta$  晶界处；进一步增加扭转圈数到 8 圈时，几乎看不到粗大等轴  $\alpha$  相，晶界变得模糊不清，组织整体呈带状分布，细化效果非常明显。

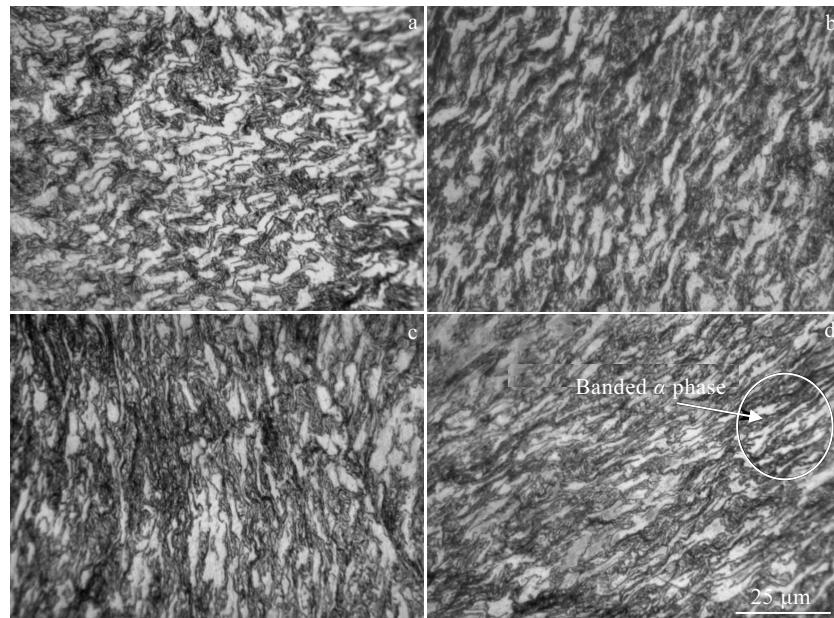


图 4 不同扭转圈数试样在半径  $R=2.5$  mm 处的显微组织

Fig.4 Microstructures of samples at  $R=2.5$  mm with different turning numbers: (a)  $N=1$  turn, (b)  $N=2$  turn, (c)  $N=4$  turn, and (d)  $N=8$  turn

图 5 是不同扭转圈数试样边缘处的显微组织。从图中可以看出, 在边缘处晶粒的细化效果相比于中心和半径  $2.5$  mm 处进一步增强, 只有在扭转 1 圈和 2 圈时还可以看到少量初生等轴  $\alpha$  相, 但相比于变形前

组织, 等轴  $\alpha$  相的尺寸明显减小; 扭转圈数增加到 4 圈和 8 圈时, 已经看不到明显的初生等轴  $\alpha$  相, 显微组织呈细小的纤维状分布, 晶粒已经无法分辨。

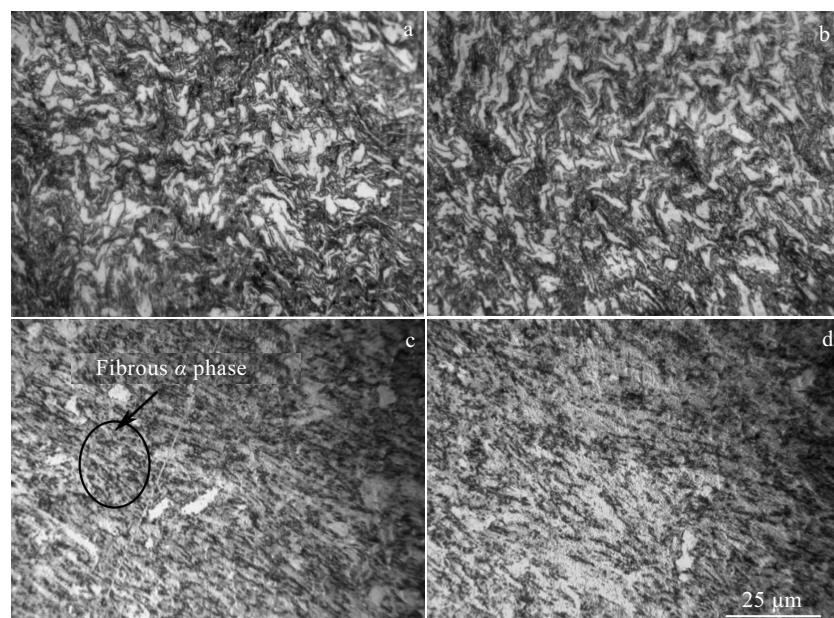


图 5 不同扭转圈数试样边缘处的显微组织

Fig.5 Microstructures of samples at the edge with different turning numbers: (a)  $N=1$  turn, (b)  $N=2$  turn, (c)  $N=4$  turn, and (d)  $N=8$  turn

## 2.2 微观结构分析

图 6 是 TA15 钛合金初始态和不同扭转圈数后的 XRD 图谱。从图中可以看出, TA15 钛合金初始态的衍射峰主要以  $\alpha$  相为主, 存在少量的  $\beta$  相衍射峰( $\beta(110)$  和  $\beta(211)$ ), 这与上文分析的显微组织一致。经高压扭转后试样的衍射图谱发生了明显的变化, 变形后  $\alpha(002)$  和  $\alpha(101)$  晶面的衍射峰强度相比于变形前大幅降低, 这是由变形过程中晶粒细化导致的<sup>[3]</sup>, 最强峰由  $\alpha(002)$  变为  $\alpha(200)$ , 表明高压扭转过程中在(200)晶面产生择优取向, 代表  $\beta$  相的(110)晶面消失, (211)晶面依然存在, 变形后试样显微组织中仍有少量的  $\beta$  相。本实验中并未发现文献[11]和文献[13]报道的纯钛或钛合金在高压扭转过程中发生的  $\alpha \rightarrow \omega$  相变过程, 这可能是因为本实验材料中所含有的 Al、Mo、V 等元素抑制了  $\omega$  相的形成<sup>[14]</sup>。

为了研究高压扭转变形后试样亚晶尺寸和位错密度的变化情况, 对衍射图谱进行半高宽补偿和衍射角校正, 采用文献[15]中介绍的积分宽度法(如式(1)~式(3))进行定量计算。首先根据寻峰报告, 用最小二乘法拟合出  $(\Delta 2\theta)^2 / (\tan \theta)^2$  与  $\Delta 2\theta / \tan \theta \sin \theta$  的关系, 得到拟合直线的斜率和截距, 然后采用式(1)和式(2)计算出试样的亚晶尺寸和微观应变, 最后根据计算的亚晶尺寸和微观应变, 采用式(3)计算位错密度:

$$\frac{(\Delta 2\theta)^2}{(\tan \theta)^2} = \frac{\lambda}{L} \left( \frac{\Delta 2\theta}{\tan \theta \cdot \sin \theta} \right) + 16e^2 \quad (1)$$

$$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2} = 0.8e \quad (2)$$

$$\rho = \frac{2\sqrt{3} \langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}}{|\vec{b}| L} \quad (3)$$

其中,  $\Delta 2\theta$  为衍射峰积分宽度;  $2\theta$  为衍射角;  $\lambda$  为 Cu 靶  $K\alpha$  的 X 射线波长;  $L$  为亚晶尺寸;  $e$  为晶格畸变量;

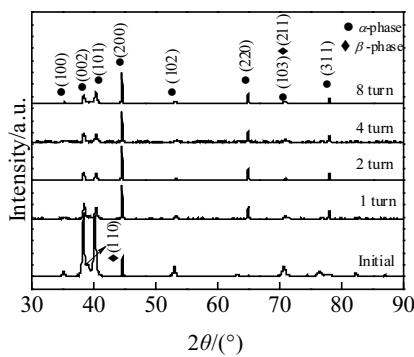


图 6 TA15 钛合金初始态和不同扭转圈数后的 XRD 图谱

Fig.6 XRD patterns of TA15 titanium alloy of the initial state and with different turning numbers

$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}$  为微观应变量;  $\rho$  为位错密度;  $|\vec{b}|$  为柏氏矢量, 对于 hcp 结构的  $\alpha$ -Ti,  $|\vec{b}|=a$ ,  $a$  为晶格常数。

本工作采用  $\alpha(002)$ 、 $\alpha(101)$ 、 $\alpha(102)$  和  $\alpha(103)$  进行计算。表 2 是 TA15 钛合金高压扭转变形前后亚晶尺寸和微观应变的变化情况, 从表中可以看出, 初始态 TA15 钛合金的亚晶尺寸为 34.17 nm, 经高压扭转变形后其亚晶尺寸在 24~30 nm 之间, 与初始态相比均变小, 而且随着扭转圈数的增加, 亚晶尺寸呈先减小后增大的趋势, 在扭转 8 圈时, 相比扭转 4 圈时略微增大, 变形后最小尺寸为 24.60 nm, 相比初始态, 细化程度达到 28%, 说明高压扭转工艺能够对其亚晶组织进行细化。同时, 从表中还可以看出微观应变相比初始态大幅增加, 而且随着扭转圈数增加, 微观应变逐渐增大, 但增加的幅度逐渐减小, 分析认为这可能是由于随着扭转圈数增加, 剪切应变量逐渐增大, 组织内小尺寸亚结构相互吞并而发生长大, 同时发生动态回复, 使晶格畸变能释放, 微观应变量增幅放缓。

图 7 是根据表 2 计算结果和式(3)计算的高压扭转变形前后的位错密度。从图中可以看出, 经高压扭转变形后, 试样内部位错密度显著增加, 在扭转 4 圈时位错密度最大, 达到  $7.50 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ , 约为初始试样的 4 倍, 扭转 8 圈时位错密度略有下降, 这是因为在高压扭转变形过程中, 随着扭转圈数增加, 位错数目会继续增加, 但剪切应变积累到一定程度时, 同时会在

表 2 高压扭转前后 TA15 钛合金亚晶尺寸和微观应变

Table 2 Crystalline size and microstrain of TA15 titanium alloy before and after HPT

Turning number	$L/\text{nm}$	$\langle \varepsilon^2 \rangle^{1/2}/\times 10^{-3}$
Initial	34.17	0.541
1 turn	29.43	1.19
2 turn	26.05	1.37
4 turn	24.60	1.56
8 turn	25.80	1.59

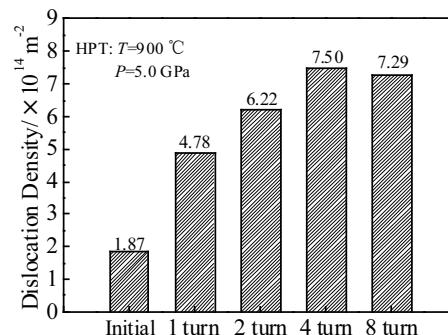


图 7 高压扭转前后试样内部位错密度

Fig.7 Dislocation density of the sample before and after HPT

TA15合金内部发生动态回复等软化行为, 回复过程中内应力的释放以及位错的滑移和攀移多边化会在合金中形成低能态的位错网络, 会降低位错密度<sup>[16]</sup>, 这样使得继续增加扭转圈数时, 位错密度会维持在一个相对稳定的水平。

### 2.3 显微硬度分析

图8是不同扭转圈数试样的显微硬度分布。从图中可以看出, 初始态TA15钛合金的显微硬度(HV)约为2800 MPa, 经高压扭转变形后, 显微硬度显著提高, 最高达到3700 MPa左右。显微硬度沿径向分布不均匀, 整体呈V型分布, 随着扭转半径的增加而增大, 在边缘处硬度最大。随着扭转圈数的增加, 硬度分布的均匀性提高, 显微硬度值呈上升趋势, 但当扭转圈数增加到8圈时, 硬度值与扭转4圈时相比变化不大, 硬度值增加趋近饱和。

根据理想状态下高压扭转变形的剪切应变计算公式(式(4))<sup>[15]</sup>, 计算硬度测量位置的理论剪切应变, 拟合出显微硬度与剪切应变的关系, 如图9所示。从图中可以看出, 除了中心区域的硬度值与拟合曲线有较大偏差外, 其他区域的硬度值都较为符合这种关系, 这主要是因为中心位置的理论剪切应变为0, 同时, 由于变形的连续性和协调性, 中心位置也会发生一些塑性变形和应变硬化。所拟合的这种关系的整体趋势是: 当剪切应变 $\gamma < 40$ 时, 显微硬度随剪切应变的增加而增加, 当剪切应变 $\gamma > 40$ 时, 随剪切应变的增加, 显微硬度变化不再明显, 趋于饱和。

$$\gamma = \frac{2\pi N r}{H} \quad (4)$$

其中,  $\gamma$ 为剪切应变,  $r$ 为扭转半径,  $N$ 为扭转圈数,  $H$ 为试样厚度。

位错的产生和运动是塑性变形的重要机制<sup>[17]</sup>, 由

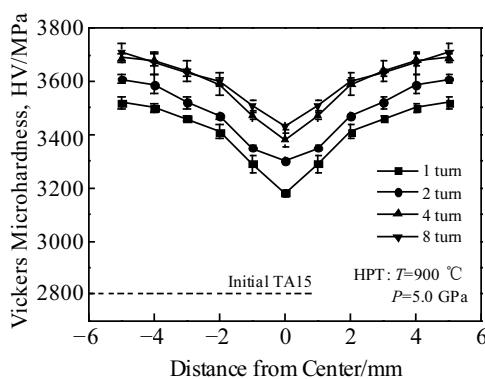


图8 不同扭转圈数试样显微硬度分布

Fig.8 Microhardness distribution of the sample with different twisting numbers

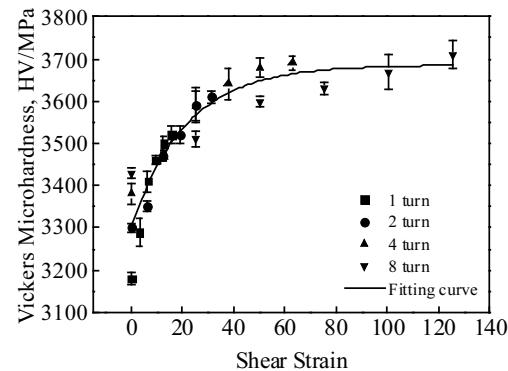


图9 试样显微硬度与剪切应变的关系

Fig.9 Relationship between microhardness and shear strain of the sample

上文分析可知, 高压扭转变形后在试样内部形成了高密度位错, 位错间的交互作用增强, 同时变形后晶粒尺寸变小, 晶界的比例增加, 导致位错运动的阻力增大, 材料的变形抗力增大, 使得材料的硬度增加, 较高扭转圈数时, 动态回复和应变硬化同时作用, 材料的显微硬度变化不再明显。

## 3 结论

1) TA15钛合金经高压扭转变形后, 显微组织沿半径方向表现出不均匀性, 随着扭转圈数增加, 组织中粗大的初生等轴 $\alpha$ 相逐渐减少, 晶粒细化效果明显, 材料在(200)晶面出现择优取向。

2) 随着扭转圈数增加, 亚晶尺寸呈先减小后增大的趋势, 微观应变由变形前的 $5.41 \times 10^{-4}$ 最大增至为 $1.59 \times 10^{-3}$ , 位错密度显著增大, 在扭转4圈时位错密度最大, 为 $7.50 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$ 。

3) 高压扭转变形后, 随着扭转圈数的增加, 硬度分布的均匀性提高, 硬度逐渐增加, 试样的显微硬度由初始的2800 MPa最大增加到3700 MPa左右, 扭转圈数大于4圈时, 显微硬度值趋于饱和。

## 参考文献 References

- [1] Liu Qixian(刘奇先), Liu Yang(刘杨), Gao Kai(高凯). Aerospace Manufacturing Technology(航天制造技术)[J], 2011(4): 45
- [2] Li Ping, Ding Yonggen, Yao Pengpeng et al. Journal of Materials Engineering and Performance[J], 2016, 25(8): 3439
- [3] Li Ping(李萍), Xue Kemin(薛克敏), Yao Pengpeng(姚彭彭) et al. Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)[J], 2016, 45(6): 1495

- [4] Fan X G, Yang H, Gao P F. *Journal of Materials Science*[J], 2011, 46(18): 6018
- [5] Wu Chuan, Yang He, Li Hongwei. *Acta Metallurgica Sinica*[J], 2013, 26(5): 533
- [6] He D, Zhu J C, Lai Z H et al. *Materials and Design*[J], 2013, 46: 38
- [7] Václavová K, Stráský J, Polyakova V et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 682: 220
- [8] Das M, Das G, Ghosh M et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2012, 558: 525
- [9] Liang Chen, Li Ping, Tian Ye et al. *Rare Metal Materials and Engineering*[J], 2016, 45(12): 3089
- [10] Chen Y J, Li Y J, Walmsley J C et al. *Journal of Materials Science*[J], 2012, 47(12): 4838
- [11] Ivanisenko Y, Kilmametov A, Rösner H et al. *International Journal of Materials Research*[J], 2008, 99(1): 36
- [12] Zhang Wenjing(张文井), Fu Jie(付杰), Huang Yi(黄毅) et al. *Journal of Materials and Metallurgy(材料与冶金学报)*[J], 2015, 14(4): 298
- [13] Ashida M, Chen P, Doi H et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2015, 640: 449
- [14] Hu Zhengyang, Cheng Xingwang, Zhang Zhaohui et al. *Materials Science and Engineering A*[J], 2017, 684: 1
- [15] Tian Ye(田野), Li Ping(李萍), Wang Jiulin(王久林) et al. *Journal of Plasticity Engineering(塑性工程学报)*[J], 2016, 23(2): 98
- [16] Alfonso A, Jensen D J, Luo G N et al. *Fusion Engineering and Design*[J], 2015, 98-99: 1924
- [17] Zhao Yan(赵严), Guo Hongzhen(郭鸿镇), Wang Tao(王涛) et al. *Rare Metal Materials and Engineering*(稀有金属材料与工程)[J], 2011, 40(5): 885

## Effect of High-pressure Torsion on Microstructure and Properties of TA15 Titanium Alloy

Xue Kemin, Sun Jianhui, Ji Xiaohu, Guo Weiwei, Li Ping

(Hefei University of Technology, Hefei 230009, China)

**Abstract:** TA15 samples with different turning numbers were prepared by high-pressure torsion process. The effects of high-pressure torsion on the microstructure and properties of TA15 titanium alloy were analyzed using metallographic observation, X-ray diffraction analysis and microhardness test. The results show that the microstructures of the specimens are not evenly distributed in the radial direction after deformation. With the increase of turning numbers, the coarse primary equiaxed  $\alpha$  phase gradually decreases and the grain refinement effect is obvious. And the material appears preferential orientation in the (200) crystal. After the high-pressure torsional deformation, the size of the sub-crystal decreases, while the microstrain and dislocation density increase significantly. In addition, the microhardness of the deformed specimens increases remarkably. Moreover, the hardness increases with the number of torsion turns increasing. When the number of twists turns is greater than 4, the microhardness tends to a saturation value.

**Key words:** TA15 titanium alloy; high-pressure torsion (HPT); microstructure; microhardness

Corresponding author: Li Ping, Ph. D., Professor, School of Materials Science and Engineering, Hefei University of Technology, Hefei 230009, P. R. China, Tel: 0086-551-62901368, E-mail: li\_ping@hfut.edu.cn