

Ti6Al4V 合金的低温超塑性拉伸变形行为^{*}

赵文娟¹ 丁桦¹ 曹富荣¹ 赵敬伟¹ 张亚玲¹ 侯红亮²

1. 东北大学材料与冶金学院 沈阳 110004

2. 北京航空制造工程研究所 北京 100024

摘 要 在 700 ℃–850 ℃ 的温度范围内对 Ti-6%Al-4%V(质量分数) 合金板材进行超塑性拉伸试验, 研究了应变速率为 3×10^{-4} – $5 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ 条件下的拉伸变形行为. 结果表明: Ti6Al4V 合金在空气中表现出良好的低温超塑性变形能力. 在 800 ℃ 初始应变速率 $\dot{\epsilon} = 5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ 条件下, 延伸率达到 536%. 在较低的 700 ℃ 下变形 ($\dot{\epsilon} = 5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$), 延伸率仍然超过了 300%. 在整个变形温度区间内, 应变速率敏感性指数 m 均为 0.3 左右, 最大值为 0.63. 在 850 ℃ 变形激活能与晶界自扩散激活能十分相近, 表明晶界扩散控制的晶界滑动是超塑性变形的的主要机制. 在 700–750 ℃, 变形激活能远大于晶界自扩散激活能, 位错运动是激活能升高的原因. 在 800 ℃ 变形的激活能介于两者之间, 表明随着温度的降低变形机制逐渐发生改变.

关键词 金属材料, Ti6Al4V 合金, 低温超塑性, 应变速率敏感性指数, 激活能, 变形机制

分类号 TG146

文章编号 1005-3093(2008)03-0269-05

Mechanical behaviors of Ti6Al4V alloy during low-temperature superplastic deformation

ZHAO Wenjuan¹ DING Hua^{1**} CAO Furong¹ ZHAO Jingwei¹
ZHANG Yaling¹ HOU Hongliang²

1. School of Materials and Metallurgy, Northeastern University, Shenyang 110004

2. Beijing Aeronautical Manufacturing Technology Research Institute, Beijing 100024

* Supported by the Major Basic Research Programs of National Security of China.

Manuscript received August 17, 2007; in revised form February 27, 2008.

** To whom correspondence should be addressed, Tel:(024)83687746, E-mail:hding@263.net

ABSTRACT Superplastic tensile tests were carried out for Ti-6%Al-4%V (mass fraction) alloy at 700–850 ℃ with initial strain rates of 3×10^{-4} – $5 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$. The tensile results show that Ti6Al4V alloy exhibits good low temperature superplasticity. The elongation of 536% was obtained at 800 ℃ with an initial strain rate of $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, and the elongation over 300% were obtained even at 700 ℃ (with an initial strain rate of $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$). The strain rate sensitivity value m kept about 0.3 in the whole deformation temperature range, and the maximal m value was 0.63. At 850 ℃, the deformation activation energy was very close to self-diffusion activation energy of grain boundary, which shows the main deformation mechanism is grain boundary sliding controlled by grain boundary diffusion. Yet, in the temperature range of 700–750 ℃, the deformation activation energies were much higher than the self-diffusion activation energy of grain boundary. The reason may be active dislocations motion. The deformation activation energy of 800 ℃ was between them, which shows a transition of deformation mechanism during temperature lowering.

KEY WORDS metallic materials, Ti6Al4V alloy, low temperature superplasticity, strain rate sensitivity value, activation energy, deformation mechanism

钛合金具有高的比强度、比刚度和较好的高温抗蠕变、耐腐蚀性能, 是一种有潜力的轻质高温结构材料. 钛合金难以采用常规工艺进行材料加工, 因此

常采用超塑性成形方法^[1–3]. 大部分钛合金通过组织控制都能呈现超塑性, 但是普通钛合金的最佳超塑性变形温度很高^[4]. 变形温度的升高使抗氧化能力急剧降低, 变形时间比较长的情况下必须采取抗氧化措施. 在实际的超塑性成形操作中, 尽可能降低钛合金的超塑性成形温度, 以降低成本和对成形气氛的要求. 研究低温超塑性变形行为, 对于超塑性成形技术

* 国家安全重大基础研究资助项目.

2007 年 8 月 17 日收到初稿; 2008 年 2 月 27 日收到修改稿.

本文联系人: 丁桦, 教授

的规模化具有重要意义. Ti-6%Al-4%V(Ti6Al4V)(质量分数,下同)合金是目前用途最广泛的超塑性钛合金,至今对其低温超塑性的研究主要是添加氢元素改善塑性^[5]、强烈塑性变形 (SPD) 细化晶粒^[6,7] 等方法以降低超塑性变形温度. 但是这些方法预处理工艺比较复杂,成本较高. 本文在不进行预处理的情况下对 Ti6Al4V 合金板材进行较低温度下 (700–850 °C) 的超塑性拉伸变形,分析其变形力学行为和超塑性变形能力,并探索其低温超塑性变形机制.

1 实验方法

实验用材料为 Ti6Al4V 合金板材,拉伸变形前的平均晶粒尺寸约为 2 μm . 在 700–850 °C 常压空气中对合金进行超塑性拉伸,初始应变速率 $\dot{\epsilon}$ 的范围为 3×10^{-4} – $5 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$. 根据超塑性拉伸试验方法 (JB 4408–87),拉伸试样标距部分的尺寸为 15 mm×6 mm×2 mm. 拉伸试验在 SANS 电子万能试验机 CMT5105 上进行. 先将拉伸试样加热到所需温度并保温 10 min,使试样均匀受热;然后以恒定横梁移动速率对试样进行拉伸. 整个试验在恒温保温罩内进行.

2 结果与讨论

2.1 变形试样的宏观形貌和延伸率

在较低温度下, Ti6Al4V 合金试样变形后的断口仍呈韧性断裂 (图 1). 随着变形温度的升高,材料表现出显著的超塑性,延伸率大大提高.

表 1 表明,在 700–850 °C,相同的变形温度条件下,试样的延伸率随着变形速率的降低而逐渐增大. 在 850 °C、 $\dot{\epsilon}=5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ 时,延伸率达到最大值,为 768%;在 800 °C、 $\dot{\epsilon}=5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ 时,延伸率为 536%;当变形在较低的 700 °C ($\dot{\epsilon}=5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$),延伸率仍然超过了 300%. 对于 Ti6Al4V 合金,其最佳超塑性变形温度范围为 900–950 °C^[7]. 变形温度对超塑性性能的影响与在一定温度条件下组织的稳定性和空洞的状态密切相关. 超塑性变形时,组织的稳定性越高,空洞密度越小,其延伸率越高. 由此可见,本文在低于最佳超塑性变形温度的条件下仍使 Ti6Al4V 合金具有一定的超塑性,为降低该合金的超塑性成形温度提供了依据. 另一方面,在较低的温度变形时,较低的应变速率有利于获得较高的超塑性. 例如在 700 °C,初始应变速率低于 10^{-3}s^{-1} 时延伸率大于 300%,而应变速率高于 10^{-3}s^{-1} 时延伸率急剧下降甚至小于 100% ($\dot{\epsilon}=5 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ 时,延伸率仅为 82%). 但是,由于变形速度较低,长时间暴露在热空气中的拉伸试样氧化严重,在试样表面形成一层厚的、硬而脆的富氧层,降低了超塑性能. 因此即使继续降低应变速率,

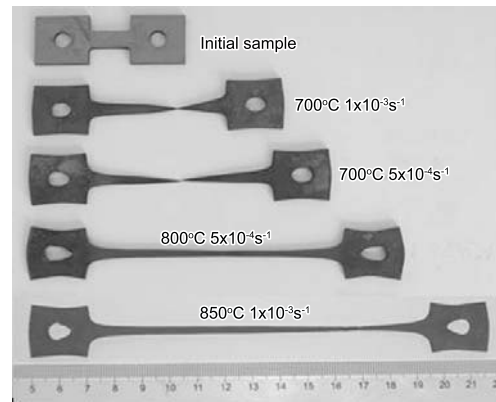


图 1 Ti6Al4V 合金试样拉伸后的宏观形貌

Fig.1 Macrographs of Ti6Al4V alloy after tensile deformation

表 1 Ti6Al4V 合金超塑性拉伸延伸率

Table 1 Elongations of Ti6Al4V alloy after super-plastic tension

Temperature/°C	$\dot{\epsilon}/\text{s}^{-1}$	$\delta/\%$
850	5×10^{-3}	263
850	10^{-3}	758
850	5×10^{-4}	768
800	5×10^{-3}	240
800	10^{-3}	466
800	5×10^{-4}	536
750	5×10^{-3}	256
750	10^{-3}	347
750	5×10^{-4}	406
700	5×10^{-3}	82
700	10^{-3}	252
700	5×10^{-4}	366
700	3×10^{-4}	359

材料的延伸率也不能提高. 例如,在 700 °C 应变速率降为 $3 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ 后,材料的延伸率反而降低.

2.2 变形试样的应力 – 应变曲线

从图 2 可以看出,随着温度的升高,合金的超塑性变形具有以下特点: (1) 延伸率增大. 在 850 °C 的延伸率约为 700 °C 时的 2–3 倍; (2) 低的流变应力. 温度的升高使超塑性变形的流变应力显著降低. 800 °C 与 850 °C 时的流变应力差值相对较小,而 750 °C 和 700 °C 时的流变应力迅速增大,700 °C 时的流变应力约为 850 °C 时的 3–4 倍; (3) 较长的流变稳定阶段. 800、850 °C 超塑性拉伸时,由于合金抗颈缩和抗断裂能力增强,变形可以较长时间处于稳定阶段. 变形稳定阶段的延长,正是超塑性变形条件下可以获得超长延伸率的原因. 抗颈缩能力的提高是颈缩不断传递的结果,与超塑性变形具有较高的应变速

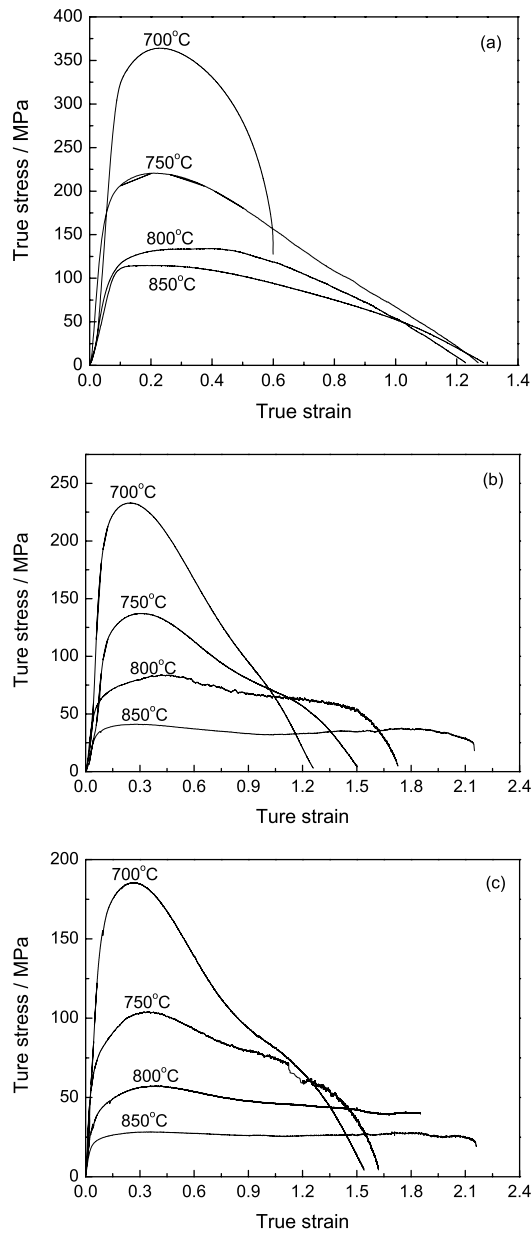


图 2 超塑性拉伸的真应力 - 真应变曲线

Fig.2 True stress vs true strain curves during superplastic tension (a) $\dot{\epsilon}=5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$; (b) $\dot{\epsilon}=10^{-3} \text{ s}^{-1}$; (c) $\dot{\epsilon}=5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$

率敏感性密切相关; (4) 锯齿状流变曲线. 应力应变曲线的锯齿状振荡反映了超塑性变形过程中应力集中与应力松弛过程的突发和不均匀性. Ti6Al4V 合金超塑性变形中引起应力锯齿状波动的原因可能有两个. 其一, 动态再结晶. 动态再结晶是合金变形过程中重要的应力松弛机制, 通常发生在高应力集中区. 合金发生动态再结晶后, 应力得到松弛, 而继续变形又在新晶粒中引起强化而导致应力的新一轮升高. 其二, 晶界滑动. 滑动的晶界在遇到障碍晶粒的阻挡时形成局部的应力塞积而使流变应力增大, 这又促使晶界滑动的协调机制开动, 塞积的应力得到松弛, 引起

合金软化. 阻碍晶界滑动的应力松弛后, 晶界滑动过程可以继续, 应力将由于障碍晶粒的阻碍而再次升高, 然后再次松弛, 如此反复, 形成了锯齿状振荡曲线. 850 °C 时的应力应变曲线反映了典型的超塑性变形特征: 低的流变应力、较长的流变稳定阶段和较大的延伸率. 而 700–750 °C 时拉伸变形的应力应变曲线有明显的不同, 为非典型的超塑性变形. 其原因是, 变形温度的降低使位错运动活跃而晶界滑动所占的比例降低.

从图 2 还可以看出, $\dot{\epsilon} > 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 时变形的流变应力迅速增大到最大值 (峰值), 然后又快速发生流变软化而导致流变失稳, 直至断裂. 当 $\dot{\epsilon} \leq 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 时, 在达到最大值 (峰值) 之前变形经历了一个较长时间的应变硬化阶段, 流变应力达到最大值后保持一定时间的稳定, 而后缓慢进入失稳阶段. 同时, 随着温度的升高, 应变硬化阶段经历的时间逐渐延长. 这种现象, 在其他研究中也有 [8]. 关于超塑性变形过程中产生加工硬化的原因, 一种观点认为是非超塑性变形引起的 [9], 合金超塑性变形时并非所有晶界都处于有利于滑动的取向, 只有处于最有利取向的晶界才能产生滑动并参与合金的变形, 其余晶粒特别是粗大晶粒仍发生晶内滑移, 由此产生了加工硬化; 另一种观点认为是晶粒的动态长大引起的 [10], 超塑性变形时变形诱导晶粒动态长大, 晶粒的长大使晶粒处于有利于晶界滑动取向的几率降低, 从而引起加工硬化. 对于具有极好超塑性的 Ti6Al4V 合金, 研究者也发现在其超塑性变形的过程中存在着应变硬化现象 [11,12]. Cope 等 [12] 对 Ti6Al4V 合金在 760–940 °C 进行超塑性拉伸变形, 得到的真应力 - 真应变曲线均反映出应变硬化特征, 并指出温度较高 (940 °C) 时的超塑性应变引起的晶粒长大是产生应变硬化的主因, 而温度较低 (760 °C) 时则是 α 相内存在着大量的位错缠结所致. 本文 850 °C 时的应力应变曲线呈现典型的超塑性变形特征, 变形中的晶粒长大导致了应变硬化的发生; 在 800–700 °C 变形时流变应力迅速增大, 应变硬化的形成可能是组织内位错密度增大、位错运动活跃的结果.

2.3 应变速率敏感性指数 m

超塑性的力学特点是流变应力 σ 和应变速率 $\dot{\epsilon}$ 有关, 最著名的就是 Backofen 公式 [8]:

$$\sigma = K \dot{\epsilon}^m \quad (1)$$

式中, K 是由材料决定的常数, m 称为应变速率敏感性指数, 对于不同的材料和同种材料不同的组织, m 值不同. 要使材料具有超塑性, m 值至少在 0.3 以上, 一般应在 0.5 左右.

m 表征材料的超塑性变形能力. 将一系列试样以不同的恒速拉伸至稳定变形, 做出每一试样的真应力与真应变曲线图, 然后根据等应变原则, 在均匀变形部分做出 $\lg\sigma\text{-}\lg\dot{\epsilon}$ 曲线, 则此曲线的斜率即为所求的 m 值.

超塑性变形是由晶界滑动、晶内位错运动及扩散运动等多种机制共同实现的, m 值的大小与晶界滑动所占的比例密切相关^[3]. 如果晶界滑动对变形的贡献较大, 则 m 值就较大, 反之较低. Ti6Al4V 合金低温超塑性拉伸的 $\lg\sigma\text{-}\lg\dot{\epsilon}$ 曲线及应变率敏感性指数 m 值如图 3 所示. 初始应变率为 10^{-3}s^{-1} 时, m 值均大于 0.3, 700 °C 时 m_{\max} 为 0.31, 750 °C 时 m_{\max} 为 0.38, 800 °C 时 m_{\max} 为 0.55, 850 °C 时的 m_{\max} 为 0.63. 对 $\lg\sigma\text{-}\lg\dot{\epsilon}$ 曲线进行线性拟合, 可知 700 °C 时的 m_{fit} 为 0.27, 750 °C 时 m_{fit} 为 0.28, 800 °C 时 m_{fit} 为 0.35, 850 °C 时 m_{fit} 为 0.61, 随着温度的升高, m 值逐渐增大. m 表征材料的超塑性变形能力, 反映了材料在变形过程中抵抗颈缩扩展的能力. Ti6Al4V 合金的平均 m 值均为 0.3 左右, 最大值达到 0.63, 说明其

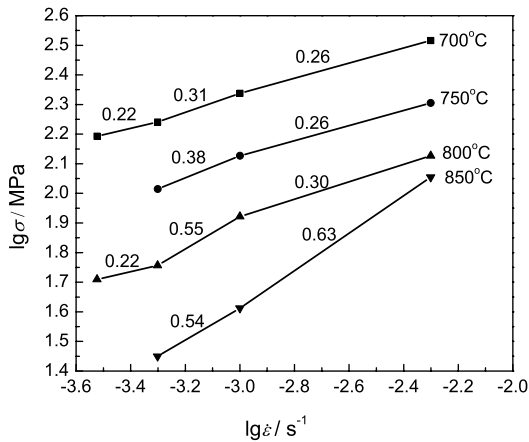


图 3 Ti6Al4V 合金的 $\lg\sigma\text{-}\lg\dot{\epsilon}$ 曲线

Fig.3 $\lg\sigma\text{-}\lg\dot{\epsilon}$ curves of Ti6Al4V alloy

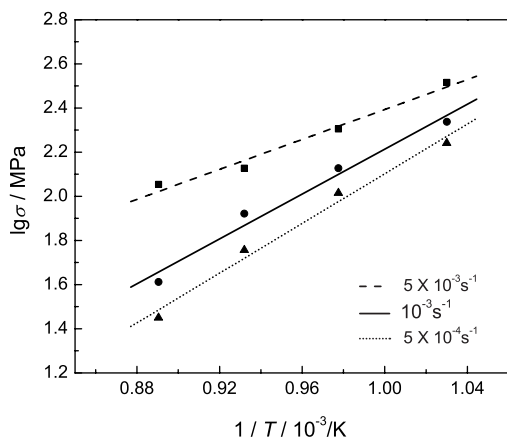


图 4 Ti6Al4V 合金的 $\lg\sigma\text{-}1/T$ 关系曲线

Fig.4 $\lg\sigma\text{-}1/T$ curves of Ti6Al4V alloy

变形组织具有良好的低温超塑性变形能力和抗颈缩扩展能力.

2.4 变形激活能

金属高温变形是一个热激活过程, 变形温度、应变速率对流变应力的影响可用式 (2) 表示:

$$\sigma = K\epsilon^n \dot{\epsilon}^m \exp\left(\frac{Q}{RT}\right) \quad (2)$$

其中, K 为常数, σ 为应力, ϵ 为应变, $\dot{\epsilon}$ 为应变速率, n 为硬化指数, m 为应变速率敏感性指数, R 为气体常数, T 为变形温度, Q 为变形过程的激活能.

当材料处在超塑性状态时, 可认为 $n \approx 0$, 则上式表示成为:

$$\dot{\epsilon} = K_1 \sigma^{1/m} \exp\left(\frac{-Q}{RT}\right) \quad (3)$$

在 (3) 式两端分别对 $(1/T)$ 和 $\dot{\epsilon}$ 求偏导, 得:

$$Q = 2.303R \cdot [\partial \lg\sigma / \partial (1/T)]_{\dot{\epsilon}} \cdot [\partial \lg\dot{\epsilon} / \partial \lg\sigma]_T \quad (4)$$

根据不同条件的拉伸试验结果画出 $\lg\sigma\text{-}1/T$ 曲线 (图 4). 将图中曲线斜率代入式 (4) 算出 Ti6Al4V 合金超塑性拉伸过程的激活能见表 2.

在大多数材料中, 发现超塑性激活能接近于晶界自扩散激活能, 表明超塑性流变与晶界扩散过程有关. Ti6Al4V 合金的晶界自扩散激活能为 130–169 kJ/mol^[13]. 本文中, 随着温度的降低, 变形激活能逐渐增大. 850 °C 时的变形激活能与晶界自扩散激活能十分相近, 表明晶界扩散控制的晶界滑动是超塑性变形的的主要机制. 而在 700 °C 和 750 °C 下, 激活能却远远高于晶界自扩散激活能 (表 2), 说明此时的变形机制发生了转变. 也有文献 [13,14] 报道钛合金在超塑性变形时出现较高的激活能. Meier^[13] 在研究 Ti6Al4V 合金超塑性时, 在 775–875 °C、应变速率为 $5 \times 10^{-3}\text{-}10^{-2}\text{s}^{-1}$ 的区域测得变形时的激活能为 602 kJ/mol. Bryant^[15] 也曾在高温高应变速率条件下测得 Ti6Al4V 合金的变形激活能为 720 kJ/mol. 在本研究中, $t \leq 750$ °C 时, 随着变形温度的降低, 位错运动更加活跃, 而位错运动使得材料的变形激活能增大, 明显高于 850 °C 时的变形激活能. 因而, 700 °C

表 2 Ti6Al4V 合金的超塑性变形激活能 (单位: kJ/mol)

Table 2 Activation energies of Ti6Al4V alloy during superplastic deformation

$\dot{\epsilon}/\text{s}^{-1}$	Temperature/°C			
	700	750	800	850
5×10^{-3}	242.46	228.80	184.60	106.70
10^{-3}	363.72	343.23	276.92	160.06
5×10^{-4}	402.61	379.93	306.53	177.18
Mean value	336.26	317.32	256.02	147.98

-750 °C 变形时界面滑动并未成为超塑性变形的
主要机制, 即未发生典型的超塑性变形, 这与应力应变曲线所反映的结果是一致的. 800 °C 时的激活能介于两者之间, 表明此温度时处于典型超塑性变形向非典型超塑性变形的过渡, 前面所示应力应变曲线图的变化趋势也反映了这一点. 此时, 温度的降低仅引起了流变应力和激活能的小幅增大, 但仍能获得较高的延伸率 (536%), 充分说明了 Ti6Al4V 合金获得低温超塑性的潜力.

3 结 论

1. Ti6Al4V 合金表现出良好的在空气中的低温超塑性变形能力. 变形温度为 800 °C、初始应变速率为 $5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ 时, 延伸率达到 536%. 变形温度为 700 °C ($\dot{\epsilon} = 5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$), 其延伸率仍然超过了 300%.

2. 在 700-850 °C 应变速率敏感性指数 m 都在 0.3 左右, 在 850 °C 时 m 出现最大值 ($m = 0.63$), 表现出良好的超塑性.

3. 变形的激活能随着温度的降低而逐渐增大. 850 °C 时的变形激活能与晶界自扩散激活能十分相近, 表明晶界扩散控制的晶界滑动是超塑性变形的
主要机制. 而 700-750 °C 变形激活能远远大于晶界自扩散激活能, 位错运动是激活能升高的原因. 800 °C 时变形的激活能介于两者之间, 反映了随着温度的降低变形机制逐渐发生改变.

参 考 文 献

- 1 C.Leyens, M.Peters, *Titanium and Titanium Alloys* (Weinheim, Germany, Wiley-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, 2003) p.1
- 2 DING Hua, ZHANG Kaifeng, Current status and developments in superplastic studies of materials, *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, **14**(7), 1059(2004)
(丁 桦, 张凯锋, 材料超塑性研究的现状与发展, *中国有色金属学报*, **14**(7), 1059(2004))
- 3 J.S.Kim, J.H.Kim, Y.T.Lee, C.G.Park, C.S.Lee, Microstructural analysis on boundary sliding and its accommodation mode during superplastic deformation of Ti-6Al-4V alloy, *Mater. Sci. Eng.*, **A263**, 272(1999)
- 4 ZENG Liying, ZHAO Yongqing, LI Qian, Study progress in low temperature superplasticity of titanium alloy, *Material & Heat Treatment*, **35**(22), 61(2006)
(曾立英, 赵永庆, 李 倩, 钛合金低温超塑性的研究进展, *材料热处理*, **35**(22), 61(2006))
- 5 D.B.Shan, Y.Y.Zong, T.F.Lu, Y.Lv, Microstructural evolution and formation mechanism of FCC titanium hydride in Ti-6Al-4V-xH alloys, *Journal of Alloys and Compounds*, **427**, 229(2007)
- 6 G.A.Salishchev, R.M.Galiyev, O.R.Valiakhmetov, R.V.Safullin, R.Y.Lutfullin, O.N.Senkov, F.H.Froes, O.A.Kaibyshev, Development of Ti-6Al-4V sheet with low temperature superplastic properties, *Journal of Material Processing Technology*, **116**(2-3), 265(2001)
- 7 FANG Xiaoqiang, LI Miaoquan, LIN Yingying, Formation of ultra-fine grained titanium alloy by equal channel angular pressing, *Materials Review*, **20**(10), 107(2006)
(方晓强, 李淼泉, 林莺莺, 应用等通道转角挤压技术制备超细晶钛合金, *材料导报*, **20**(10), 107(2006))
- 8 V.N.Perevezentsev, V.N.Chuvildeev, S.A.Larin, Deformation micromechanisms and superplastic flow rheology in a wide strain rate range, *Superplasticity in Advanced Materials*, (5), 613(1994)
- 9 ZHANG Junhong, HUANG Boyun, HE Yuehui, MENG Liping, Mechanical behaviors of TiAl alloy during low temperature superplastic deformation, *Chinese Journal of Nonferrous Metal*, **13**(2), 442(2003)
(张俊红, 黄伯云, 贺跃辉, 孟力平, TiAl 基金合金低温超塑性变形的力学行为, *中国有色金属学报*, **13**(2), 442 (2003))
- 10 E.Sato, K.Kuribayashi, Superplasticity and deformation induced grain growth, *ISIJ International*, **33**, 825 (1993)
- 11 M.Zelin, Grain growth during superplastic deformation, *Interface Science*, **10**, 37(2002)
- 12 M.T.Cope, N.Ridley, Superplastic deformation characteristics of microduplex Ti-6Al-4V alloy, *Material Science and Technology*, **2**, 140(1986)
- 13 M.L.Meiler, D.R.Lesuer, A.K.Mukherjee, α grain size and β volume fraction aspects of the superplasticity of Ti-6Al-4V, *Material Science Engineering*, **A136**, 71(1991)
- 14 G.C.Morgan, C.Hammond, Superplastic deformation properties of β -Ti alloys, *Material Science Engineering*, **86**, 159(1987)
- 15 W.A.Bryant, Correlation of data on the hot deformation of Ti-6Al-4V, *Journal of Material Science*, **10**, 1793 (1975)