

文章编号:1000-582X(2007)04-0067-05

# Ti-2%Al-2.5%Zr 钛合金在 350 °C 下的持久强度及蠕变行为\*

李远睿,周玉成,胡跃均

(重庆大学材料科学与工程学院,重庆 400030)

**摘要:**首先实验测出了  $\delta=2\text{ mm}$  的 Ti-2%Al-2.5%Zr 单相  $\alpha$ -Ti 合金板材在 350 °C 下的  $\sigma_b$  及  $\sigma_{0.2}$  值。据此,确定了 6 个不同的试验应力点,用以进行该材料在 350 °C 下的高温持久试验。对试验结果进行数据处理,得到了可以向低应力方向外推的方程。继而,对试样的持久断口进行了 SEM 分析,用金相和 TEM 对此种钛合金在试验前的显微组织和试验后试样的均匀塑性变形区与集中塑性变形区进行研究,得到了反映该种钛合金在 350 °C 和高应力条件下的高温持久过程、组织变化特征和以位错滑移为主的蠕变行为。

**关键词:**钛合金;高温持久;显微组织;蠕变

**中图分类号:** TG111.8

**文献标志码:** A

试验用的钛合金为  $\delta=2\text{ mm}$  厚的板材,其名义成分为 Ti-2%Al-2.5%Zr,系具有 hcp 晶格结构的单相  $\alpha$ -Ti 合金<sup>[1]</sup>。是我国上世纪末研制出来的新型钛合金之一。研究并测试出其相关力学性能指标和曲线,对它的工程应用有重要的意义。

为此,在测出该合金在 350 °C 下的  $\sigma_b$  和  $\sigma_{0.2}$  值后,确定了 6 个不同应力水平的试验点,继而按 GB6395-1986《金属材料拉伸持久试验强度试验方法》的规定,在 350 °C 下进行了其持久强度试验,对试验结果进行了数据处理,得到可以外推的应力与时间的关系式。

最后,用 SEM 对 350 °C 下的高温持久试样的断口进行了分析,用金相和 TEM 对试样的原始组织、试验后的均匀塑性变形区与集中塑性变形区的组织进行了分析和研究,探讨了此种钛合金在低约比温度<sup>[2]</sup>和高应力条件下的持久过程、组织变化和蠕变特征。

## 1 试验方法及过程

据 GB6935-1986《金属材料拉伸持久试验强度试验方法》,将  $\delta=2\text{ mm}$  的试验板材加工成标准试样。先在 350 °C 下测得试材的  $\sigma_b=408.5\text{ MPa}$ ,  $\sigma_{0.2}=328\text{ MPa}$ ,从

而确定出高温持久试验的 6 个应力点为:400 MPa、395 MPa、390 MPa、385 MPa、368 MPa 和 315 MPa。试验完后,进行数据处理,得到可以向低应力方向外推的公式。再对试材原始组织、断口和试验后均匀塑性变形区与集中塑性变形区进行了分析和研究,从而得出该种钛合金在上述试验条件下的高温持久过程、组织变化特点和以位错滑移为主的蠕变行为。

## 2 试验结果与分析

### 2.1 试验结果

在 4 台 RD2-3 型试验机上,共作出 13 个有效试样,结果见表 1。

### 2.2 数据处理

Write 和 Clarke 等人<sup>[3]</sup>提出的外推公式为  $\sigma = A \cdot t^{-B}$ 。用最小二乘法将表 1 中的实验数据进行处理,按幂指数关系进行拟合,得到持久时间与应力间的关系为  $\sigma = 664.01 \cdot t^{-0.0799}$ 。

据上式,可以作出  $\sigma-t$  关系曲线,方程两边取对数亦可以作出双对数关系曲线,并可向低应力方向外推。表 2 是用前式的预测数据与试验数据的比较,可以看出,误差很小。

\* 收稿日期:2006-12-11

基金项目:核燃料及材料国家重点实验室基金项目(99JS85.6.1.JW.2004)

作者简介:李远睿(1946-),男,重庆大学教授,主要从事金属材料研究。E-mail:65103625@163.com

表1 Ti-2%Al-2.5%Zr 钛合金板材 350 °C 下的持久强度

编号	1	2	3	4	5	6	
$\sigma$ /MPa	400	400	395	395	395	390	
时间/h	401	477	712.2	758.6	721.7	941.2	
$\delta$ /%	22.3	22.3	22.9	22.9	22.9	23.2	
编号	7	8	9	10	11	12	13
$\sigma$ /MPa	385	385	385	368	368	368	315
时间/h	1 007.4	2 038.6	1 072.8	1 518.4	1 478.7	1 542.9	9 964
$\delta$ /%	25.1	25.1	25.1	27.6	27.6	27.6	31.4

表2 预测数据及实验数据比较

试验时间/h	试验应力/MPa	预测应力/MPa
439(平均)	400	408.4
730.5(平均)	395	392.1
941.2	390	384.2
1 036.3(平均)	385	381.3
1 513.3(平均)	368	369.9
9 964	315	318.2

### 2.3 SEM 分析

图1是在368 MPa、350 °C下试验后同一断口的不同区域和放大倍数的SEM形貌。

图(1a)表明:发生了颈缩,样品变薄,断口中部凹陷。此外,宏观可见两侧面的近断口处均有微裂纹,右侧面更为显著,颈缩程度亦更大,系起裂处。在温度和应力的共同作用下渐渐向左断开(图1b),且随着有效截面的减小使应力渐渐增大,裂纹扩展加快;裂纹发展到中偏左时,在很高的轴向应力作用下使该区域发生瞬时正断,呈现等轴韧窝,撕裂棱无方向性(图1c);而后,左边的一小截面在极高的应力作用下瞬时撕裂,断面抬高(图1d),该区域撕裂棱呈抛物线状向右开口。断裂过程是先塑变后蠕变的韧性断裂。其余各试样断口的SEM形貌及断裂特征与图1所示的情况相似。

### 2.4 组织变化

#### 2.4.1 试前组织

从图2可以看出,板材原始组织基本为细小的等轴晶,但沿轧向有部分晶粒被拉长的现象。因是沿轧向加工的试样,使垂直于应力的方向上晶界长度较平行于应力的方向上的晶界长,这会导致其持久时间增加<sup>[4]</sup>。

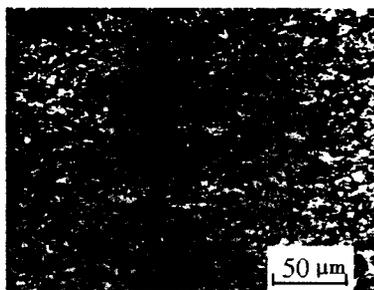
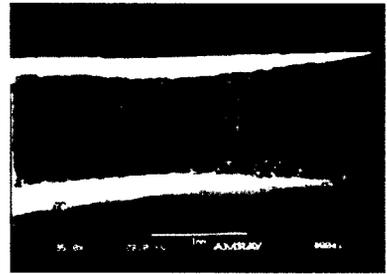
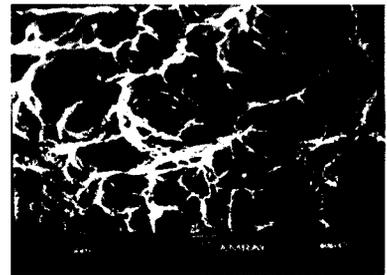


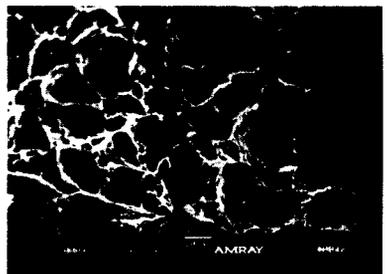
图2 板材纵向原始金相组织



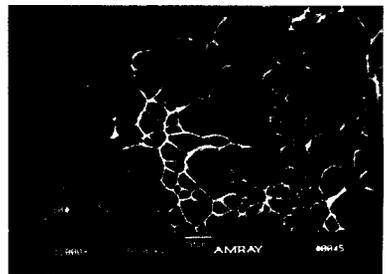
(a) 断口低倍形貌



(b) 断口右边中部形貌



(c) 断口中心区形貌



(d) 断口凹处左边形貌

图1 应力为368 MPa时试样的断口形貌

在图3中,观察到板材原始组织的等轴晶粒(a图),晶内有少量的平行位错;而被拉长的晶粒,其内部位错密度明显增高并有平行塑变条纹(b图)。表明该晶粒在轧制时发生了较大的塑性变形。

#### 2.4.2 试后组织

多数拉伸时产生颈缩的韧性金属材料,其均匀塑性变形量较集中塑性变形量小,一般均塑性变形量不超过集中变形量的50%。这就是说,拉伸至颈缩形成以后,塑性变形主要集中于试样颈缩区<sup>[5]</sup>。因此,在均匀塑性变形区和集中塑性变形区的组织形态也会不相同。

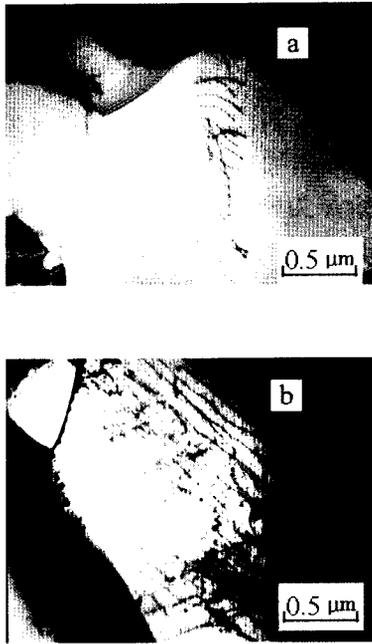


图3 板材原始组织 TEM 形貌

## 1) 均匀塑变区的组织特点

图4是368 MPa试样的均匀塑性变形区的金相组织,晶粒呈细小的等轴晶粒.这是由于该区域在长时间加热(1418 h)而发生了回复和部分再结晶,因温度仅350℃,故晶粒细小.

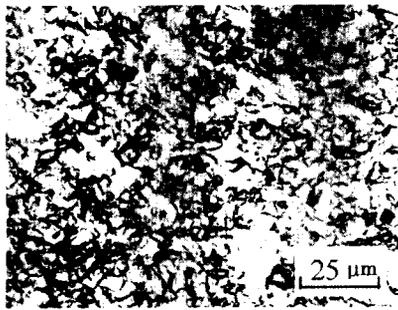


图4 均匀塑变区金相组织

图5是其均匀塑变区的TEM形貌.图5(a)为等轴晶粒,三晶粒交界清晰,内部有位错网.从图5(b)上可看到位错饱和、亚晶及再结晶晶粒.表明观察区变形量较大,并发生了多边形化.

## 2) 集中塑变区的组织

图6为在368 MPa应力下实验后,试样在集中塑变区的金相组织.

可以看出,晶粒被显著拉长,呈纤维状;纤维状组织从试样的两侧向试样中部最后断裂处流变倾斜,中部因受两侧制约应变量较两侧减少;且随着试验应力的减小,塑变区变形程度增大,更具此种组织特征,且愈靠近断口处,这种现象越显著.

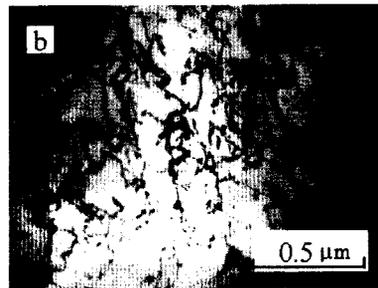
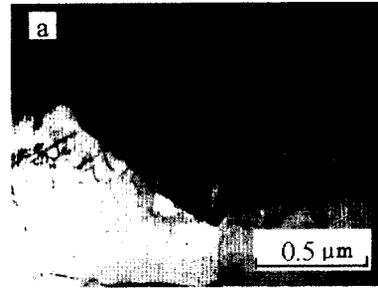


图5 均匀塑变区的TEM形貌

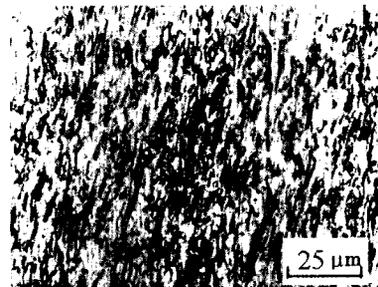


图6 集中塑变区金相组织

图7是368 MPa试样集中塑变区的TEM形貌.可以看出,集中塑变区产生了大的塑性流变,晶粒拉长、扭转并出现了滑移带,晶内有高密度位错.



图7 集中塑变区TEM形貌

## 3 讨论

## 3.1 持久过程

试样在350℃下承受 $\sigma_{0.2} < \sigma < \sigma_b$ 范围的拉应力作用时会发生程度不一的塑性变形.在温度长时间的

作用下,均匀塑变区变形晶粒将产生回复和再结晶,但因温度仅 350 °C,再结晶后的晶粒难以长大而成为细小等轴晶;在集中塑变区,因其真应力渐渐增大,虽有回复再结晶的倾向,但过高的应力会使其不断地被拉长.由于在初时和一定长的时间内  $\sigma < \sigma_b$ ,随着塑性变形的发生,产生了应变硬化而阻碍塑性变形.但是,随着时间的延长,当温度提供给材料在变形中的能量积累到一定程度时,会导致动态回复和再结晶的发生.此后,由于软化作用大于硬化作用,晶粒会继续发生塑性变形.随着变形的进行,硬化作用又将大于软化作用,使变形越来越困难.但当材料的储存能积累到足够高时,又发生回复和再结晶.如此反复地进行直到最后断裂.试验中,观察到设备上的零位指针上下缓慢地波动的情况就是因上述原因引起的.

因在再结晶形核长大期间还进行着塑性变形,再结晶形核和晶粒长大的同时还在变形.所以,当再结晶完成以后,每个晶粒仍处于变形状态,塑性变形不断发展,导致试样横截面积不断减小.由于变形过程中应变硬化产生的强度增加值不足以补偿截面积的减少,试样便产生了集中变形,出现了由两侧向中部收缩的“细颈”.因细颈中心承受较强的三向拉应力状态,使得变形集中于此局部区域而产生颈缩,从而使试样截面积渐渐减小,过载应力将越来越高,最终导致韧性断裂.

在均匀塑变区,在长时间保温条件下导致位错攀移而产生回复和再结晶现象.因温度不高,再结晶晶粒难以长大而呈细小的等轴晶.当然,若施加应力低于 350 °C 下的屈服强度,则只有蠕变过程,且在此温度下该钛合金抗氧化能力很强,故而断裂时间极长<sup>[6]</sup>.研究中有一试样的试验应力为 315 MPa,低于其在 350 °C 下的  $\sigma_{0.2}$  (328 MPa),高温持久时间长达 9 964 h,就是如此.

### 3.2 蠕变变形

金属的蠕变变形机理有:位错滑移蠕变,扩散蠕变和晶界滑动蠕变 3 类.此种钛合金板材在 350 °C 下进行的持久试验,其约比温度仅为 0.31,而施加应力多在  $\sigma_{0.2}^{350}$  和  $\sigma_b^{350}$  (即 328 MPa 和 408.5 MPa) 之间,故属于低温高应力条件下发生的蠕变.从试验结果和金相及 TEM 分析可以看出,与原始材料组织相比,有明显的塑性变形特征,但其均匀塑变区晶粒已出现再结晶,而

在集中塑变区显著伸长,出现滑移带,位错密度高,晶粒被拉长、转动,金相组织呈明显的纤维状.显然,位错滑移在此材料的蠕变变形过程中发挥了很重要的作用.另外,从表 1 看到,随着实验应力的降低,此种钛合金板材的延伸率增加,而且表现出很好的塑性.这是因为钛及其合金虽为密排六方晶格结构,但  $c/a < 1.63$  可以在除基面之外的其他易滑移面产生位错滑移所致<sup>[7]</sup>.综上所述,此种 Ti-2%Al-2.5%Zr 合金板材在前述试验条件下发生的蠕变行为是以位错滑移为主,而以空位的定向扩散及晶界的滑动为辅.

## 4 结论

1) 在 350 °C 且应力略低于其  $\sigma_{0.2}$  (如 315 MPa) 的应力水平情况下, Ti-2%Al-2.5%Zr 钛合金的蠕变时间很长.

2) 在 350 °C 下, Ti-2%Al-2.5%Zr 钛合金所受应力与时间的关系满足:  $\sigma = 664.01t^{-0.0799}$ .

3) 该种钛合金材料在 350 °C 和高应力条件下的蠕变行为是以位错滑移为主,而以空位的定向扩散和晶界的滑动为辅.

### 参考文献:

- [1] 李远睿,黄荣,黄本多,等, Ti-Al-Zr 钛合金板材的断裂韧度测定及分析[J]. 核动力工程, 2003, 24(5): 439-443.
- [2] 束德林. 金属力学性能[M]. 北京: 机械工业出版社, 2004: 183.
- [3] 杨宜科,吴天禄. 金属高温强度及实验[M]. 上海: 上海科技出版社, 1986: 114.
- [4] P. GILORMINI, M. V. NEBOZENYH, PONTE CAS TANEDA. Accurate Estimat For The Creep Behavior of Hexagonal Polycrystals [J]. Acta Materialia Loi, 2001, 22(2): 239-337.
- [5] 王占学. 塑性加工金属学[M]. 北京: 冶金工业出版社, 1989: 174.
- [6] TADAHIRO SHIBUTANI, TAKAYUKI KITAMURA, and RYUICHI OHTANI. Creep Cavity Growth under Interaction between Lattice Diffusion and Gran-Boundary Diffusion[J]. Metallurgical and Materials Transactions A Volume, 1998, 29(10): 533.
- [7] S. KOCANDA. Fatigue fracture of Metals[M]. Warsaw (in Ploish): Engineering Science Publishers, 1985.

## Rupture Strength and Creep Behavior of Ti - 2% Al - 2.5% Zr Alloy at 350 °C

LI Yuan-rui, ZHOU Yu-cheng, HU Yue-jun

(Material Science and Technology Institute, of Chongqing University, Chongqing 400030, China)

**Abstract:** The sample is single phase  $\alpha$  - Ti Ti - 2% Al - 2.5% Zr alloy plate with  $\delta = 2\text{mm}$ , The experiment first get the data of alloys  $\sigma_b$  and  $\sigma_{0.2}$  at the temperature of 350 °C. According to the result, The six experiment stress points is chosen to continue the high temperature resistance strength experiment at the same temperature. Equation is obtained by processing data, and then the original microstructure, microstructure in even plastic deformation zone are observed and intensive plastic deformation zone by optical microscope and transmission electricity microscope (TEM). Finally, the creep mechanism of Ti - 2% Al - 2.5% Zr titanium alloy at 350 °C and high stress.

**Key words:** titanium alloy; high temperature creep rupture; microstructure; creep

(编辑 陈移峰)

(上接第 51 页)

## Sulfuric Acid Calcium Oxidated in the Wet Limestone-gypsum Flue Gas Desulfurization Process

LUO Jie<sup>1</sup>, WU Guo-fang<sup>2</sup>, ZHU Zong-li<sup>3</sup>, DONG Ling-yan<sup>4</sup>, LIU Qing-cai<sup>4</sup>

(1. College of Resources and Environmental Science, Chongqing University, Chongqing 400030, China;

2. Three Gorges Water Works Corporation, Chongqing 400020, China;

3. Chuandong Development Corporation of Sichuan Petroleum Administration, Chongqing 400021, China;

4. College of Material Science and Engineering, Chongqing University, Chongqing 400030, China)

**Abstract:** The oxidation of calcium sulfite is an important chemic process in wet limestone flue gas desulfurization process. A simulate equipment has been designed based on the theory of geometrical comparability which is reduced scale in geometric proportion to the 300 MW capacity. Oxidation kinetics of calcium sulfite was investigated through orthogonal test. The experiment results indicate that pH: 4.5, temperature: 40 ~ 50 °C, air flow rate: 0.15 ~ 0.2 m<sup>3</sup>/h, stirrer speed: 200 ~ 300 r/min. and Mn<sup>2+</sup> can accelerate the oxidation of calcium sulfite.

**Key words:** calcium sulfite; oxidation; simulate equipment; orthogonal test

(编辑 李胜春)