

文章编号: 1007-4627(2015)S1-0064-05

强流脉冲电子束处理亚稳 β 钛合金的组织演化

张向东, 刘天伟, 李芳芳, 肖红, 陆雷

(中国工程物理研究院, 四川 绵阳 621900)

摘要: 采用强流脉冲电子束对含有 $\alpha+\beta$ 两相的亚稳 β 钛合金进行了表面处理。处理使用的电子束加速电压为 27 kV, 脉冲次数分别为 5, 10 和 25 次, 脉冲持续时间为 2 μs 。采用金相显微镜、扫描电子显微镜、电子背散射衍射和 X 射线衍射等技术对处理后的样品表面形貌和组织结构进行分析。结果表明, 5 次脉冲处理样品表面呈现波状特征, 增加脉冲处理, 样品表面变得较为平坦且出现了层片状特征; 处理后样品表层 α 相逐渐消失, 出现了应力诱发的 α'' 马氏体组织。

关键词: 强流脉冲电子束; 亚稳 β 钛合金; 表面处理; 组织结构

中图分类号: TG174.444 **文献标志码:** A **DOI:** 10.11804/NuclPhysRev.32.S1.64

1 引言

强流脉冲电子束(HCPEB)作为一种高能脉冲束表面技术近些年来持续受到关注, 该技术集合了简单可靠、高效低耗等多种优点, 显示出了巨大的应用潜力。HCPEB处理能将携带的能量在极短的时间内沉积于材料表层, 诱发处理层产生快速熔化甚至汽化、喷发、应力冲击等现象, 随后的快速冷却凝固过程可使处理层产生远离平衡态的组织结构转变, 从而有可能提高材料的使用性能^[1-3]。

钛及钛合金具有密度小、比强度高和耐蚀性能好等特点, 在航空和医用材料中得到广泛应用。亚稳态 β 钛合金是成分位于马氏体相变线与室温交点和 β 相变线与室温交点之间的 β 钛合金。亚稳态 β 钛合金一个重要特点就是快速淬火过程中不会发生马氏体相变, 马氏体相变点在室温以下^[4-6]。但亚稳 β 钛合金易通过热处理调整性能以满足使用要求。为了进一步认识亚稳 β 钛合金在HCPEB亚稳处理下的结构变化, 选取经 $\alpha+\beta$ 两相处理的亚稳 β 钛合金进行了HCPEB处理, 研究了其表面的组织结构演化。

2 实验方法

实验选用法国CEZUS公司研制用于制造燃气涡轮发动机轮盘的一种亚稳 β 钛合金 β -Cez, 其成分如表1所列。样品均取材于经过轧制的直径8 mm的细棒材。所有试样均经过 $\alpha+\beta$ 两相热处理以获得两相初始

组织。热处理工艺: 先在 β 相区内(920 $^{\circ}\text{C}$)固溶处理1 h, 然后水淬(定义此时生成的 β 相为: Prior- β); 随后在 $\alpha+\beta$ 两相区(850 $^{\circ}\text{C}$)保温1 h, 空冷至室温, 定义此工艺为 $\alpha+\beta$ (ST)。

表 1 亚稳 β 钛合金 β -Cez的化学成分

元素	Weight/%	元素	Weight/%
Al	5.92	Mo	3.38
Sn	1.75	Cr	2.13
Zr	3.80	Fe	0.96
Ti	Balance		

采用俄罗斯Tomsk强电研究所开发的Nadezhda-2型HCPEB系统进行样品处理。该装置可产生加速电压 ~ 35 kV、峰值电流 $\sim 10^3$ A/cm²、脉宽 ~ 2.5 μs 和束斑 $\varnothing 60$ mm的电子束。实验中, 电子束表面处理参数包括: 工作真空度 5×10^{-3} Pa, 加速电压27 keV, 脉冲轰击次数分别为5, 10和25次, 脉冲持续时间2 μs 脉冲间隔10 s。

表面组织形貌分析在日本OLYMPUS BX61偏光显微镜和配有HKL Channel 5背散射衍射附件(Electron Back Scattered Diffraction, EBSD)的日本岛津JEOL-6500F场发射扫描电镜上进行。采用日本Shimadzu XRD-6000型X射线衍射仪对样品表层相组成进行分析(Cu靶)。

收稿日期: 2014-11-03; 修改日期: 2014-12-20

基金项目: 中国工程物理研究院科学技术发展基金(2012B0301047)

作者简介: 张向东(1982-), 男, 河南许昌人, 副研究员, 博士, 从事材料物理化学研究; E-mail: zhangxiangdong@caep.cn.

3 结果与讨论

3.1 表面形貌

图1给出了经 $\alpha + \beta$ (ST)工艺热处理后样品的初始组织的背散射电子衬度扫描电镜图像。图1(a)为较宏观的组织,图1(b)为放大像。从图中可以看

出, $\alpha + \beta$ (ST)样品的Prior- β 晶粒较粗大,尺寸约为200 μm ,在 β 晶粒内部弥散分布有许多针状 α 析出相(图1(b)中黑色衬度)。析出相主要分布在Prior- β 相晶粒内部或者 β 晶界上。尽管Prior- β 晶粒较粗大,但是由于大量 α 相的析出,使得 α 相间的 β 相区域变得较细小。

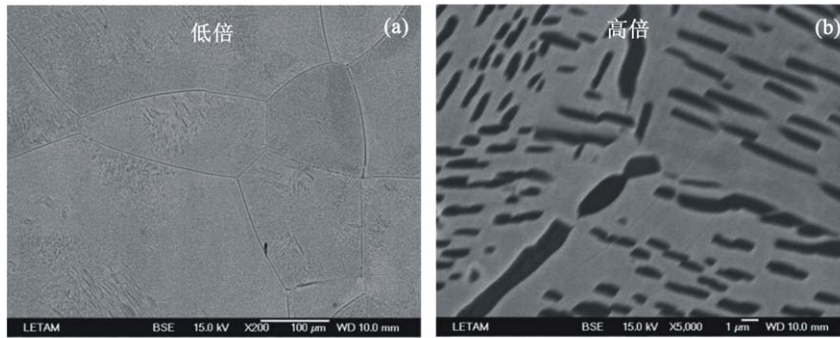


图1 $\alpha + \beta$ (ST)初始样品的背散射扫描电镜图像

图2给出了经HCPEB处理后样品的表面金相形貌。从图中可以看出,5次脉冲处理的样品表面呈现波状起伏特征;但经过10次脉冲处理后表面波状基本特征消失,表面相对平坦;25次脉冲处理的样品表面有层片状组织,晶界特征突出。图3给出了HCPEB处理的 $\alpha + \beta$ (ST)样品的背散射扫描电镜形貌。从图3

中可以看出5次脉冲处理样品表面的波状特征在扫描电镜图片对应为许多小孔,10和25次脉冲轰击处理后表面出现清晰的层片状组织。5次脉冲脉冲处理表面波状起伏特征与熔化蒸发的现象相关。例如,HCPEB处理TA15钛合金时^[7],处理后样品表面的Al元素含量降低,发生了选择性蒸发,同样,处理后的 β -Cez样品中

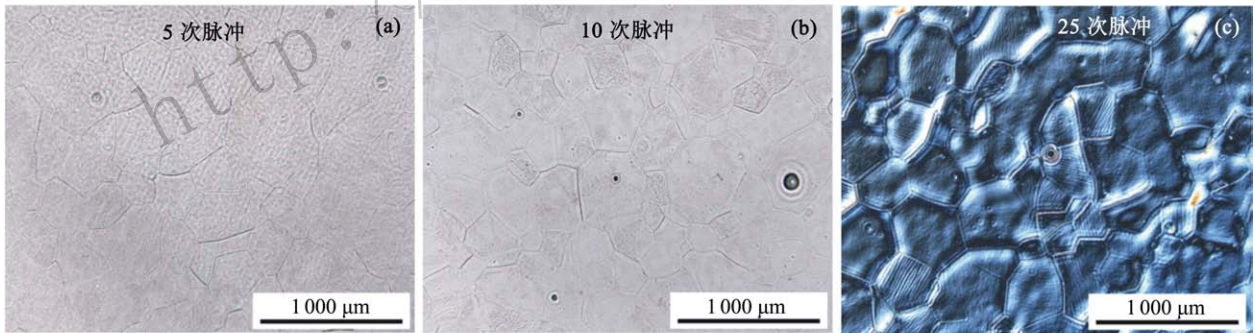


图2 (在线彩图)强流脉冲电子束处理的 $\alpha + \beta$ (ST)样品的表面金相形貌

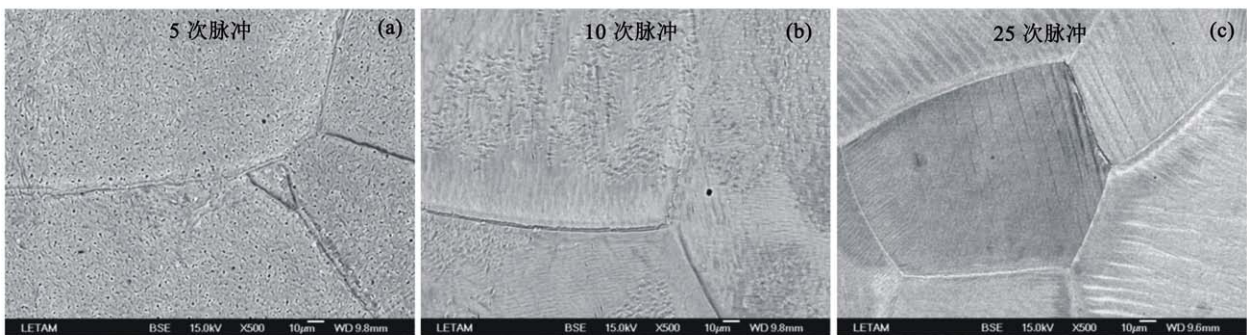


图3 强流脉冲电子束处理的 $\alpha + \beta$ (ST)样品的表面背散射扫描电镜形貌

也会有 Al 元素的蒸发，Al 是 α 相稳定元素，主要富集于 α 相中，因此蒸发会优先在富 Al 的 α 析出相位置上发生，从而导致表面出现显著的波状特征，并且在 α 析出物位置，由于显著的蒸发，会出现孔状特征。从扫描电镜图像可以看出，局部位置出现小孔或浅坑状形貌特征。

3.2 表面组织结构

图 4 给出了强流脉冲电子束处理的 $\alpha + \beta$ (ST) 样品

的 XRD 图谱。从图 4(a) 中可以看，经 $\alpha + \beta$ (ST) 工艺热处理的初始样品只含有 α 和 β 两相的衍射峰，没有 α'' 马氏体的峰出现。5 次脉冲处理后，样品中除了 α 和 β 两相外，还有 α'' 马氏体生成；10 和 25 次脉冲处理的样品却只有 α'' 马氏体和 β 相生成，未检测到 α 相的衍射峰。需要说明的是，由于晶粒较为粗大，XRD 衍射检测到的范围有限，所以图中衍射峰的强度并不能反映组织结构特征，只可以用来鉴定物相。

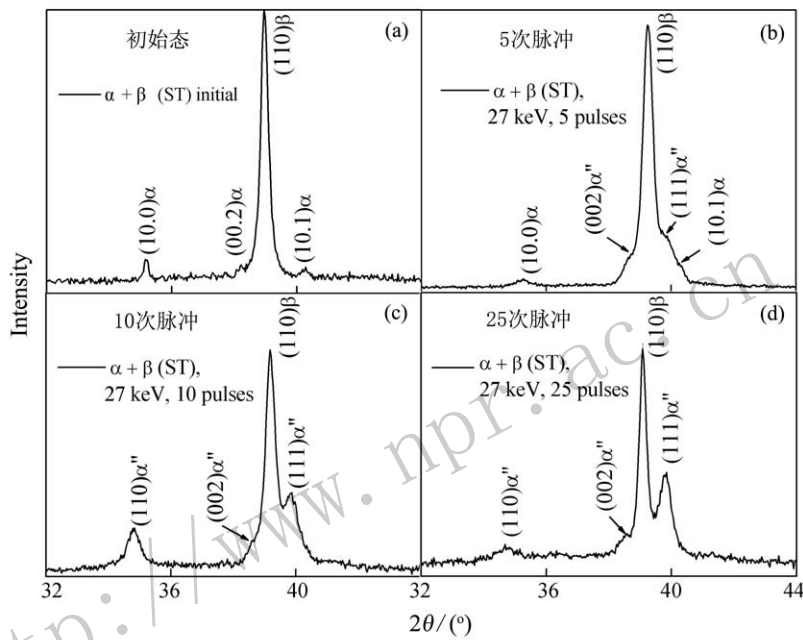


图 4 强流脉冲电子束处理 $\alpha + \beta$ (ST) 样品的 XRD 图谱

为了进一步确定相、组织及每个相的分布特征，采用 EBSD 标定技术对处理后的样品进行了分析。标定采用的晶格点阵常数如下：对于体心立方 β 相： $a_\beta = 0.324 \text{ nm}$ ；对于 α'' 正交马氏体相： $a_{\alpha''} = 0.301$

nm ， $b_{\alpha''} = 0.491 \text{ nm}$ ， $c_{\alpha''} = 0.463 \text{ nm}$ ^[8]；对于密排六方 α 相： $a_\alpha = 0.295 \text{ nm}$ ， $c_\alpha = 0.468 \text{ nm}$ 。图 5 给出了 27 keV，10 次脉冲处理的 $\alpha + \beta$ (ST) 样品的表面 EBSD 分析结果。图 5(a) 中 α'' 相用蓝色表示， α 马

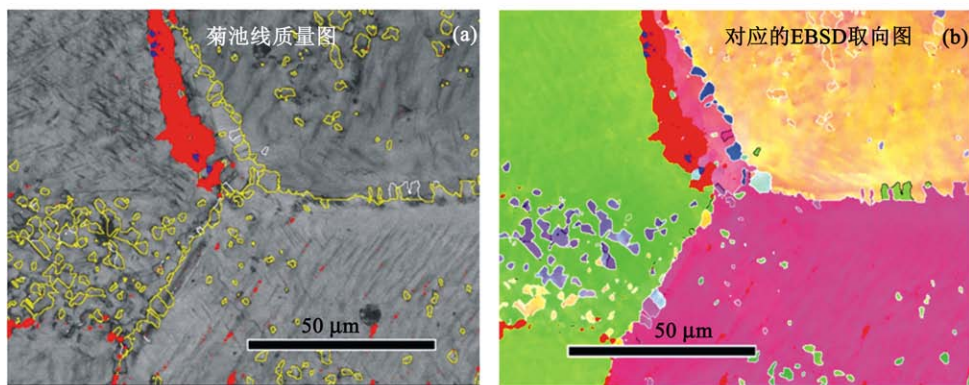


图 5 (在线彩图) 27 keV，10 次脉冲处理的 $\alpha + \beta$ (ST) 样品表面的 EBSD 图像

氏体为红色, β 相为灰色。图中的黄线指示 β 相晶界。图5(b)给出了晶粒取向标定图。结合图5(a)和5(b)可以看出, 处理后的样品有 α'' 马氏体生成, 并且在Prior- β 大晶粒中有许多细小的新 β 晶粒出现。

材料表面经强流脉冲电子束轰击处理时, 大量能量在极短时间内沉积在样品表面。材料的表面层在电子束的轰击下迅速升温, 在微秒的时间就可以产生加热、熔化甚至汽化现象; 这将会在材料的内部形成明显的温度差别, 温度梯度很大。随着电子轰击时间的延长, 材料内部的热传导作用会不断加强, 从而使加热区域的能量不断地向周围或深处扩散, 最终达到平衡状态。当电子束轰击停止后, 处理材料将迅速冷却并快速凝固。冷却速度取决于加热层的厚度, 也与处理材料的热性能和散热条件相关。由于凝固前沿推进速度极快, 熔层中元素可能来不及完全混合并且可能会发生溶质截留效应。在高温梯度情况下, 材料内部可以形成很高的应力。在与电子垂直方向的应力分布还将随温度场发生变化, 形成“准静态应力”。产生的热弹性应力和冲击应力波沿电子束方向进行传播, 从而在整个材料中产生应力的特殊分布^[1-2]。应力可以在处理材料中的诱发显著的塑性变形; 并可能在处理的 β -Cez样品中触发 α'' 马氏体相变。

对于 $\alpha+\beta$ (ST)样品来说, 快速淬火不能诱发 β -Cez钛合金中的 $\beta \rightarrow \alpha''$ 马氏体相变, 如文献[4]所述, α 相的析出使 β 稳定元素向 β 相中偏聚且Prior- β 晶粒中 β 相区域变小($2 \sim 3 \mu\text{m}$); β 相变得十分稳定, 从而马氏体相变被完全阻止。较低能量(5次脉冲)处理 $\alpha+\beta$ (ST)样品时, XRD结果显示仍有 α 相存在。而较高能量(10和25次脉冲)处理的样品的XRD结果只有 α'' 马氏体相的存在, 特别是27 keV, 25次脉冲处理的样品表面则出现了明显的 α'' 马氏体板条。这是由于能量较低时, 输运到样品处理层的能量不足, 导致样品表面熔化层较薄, 且 α 析出相未能完全溶解, 所以XRD结果中有密排六方的 α 相的峰被标定出来。因此较低能量处理后并不能显著降低 β 相的稳定性, 应力诱发 $\beta \rightarrow \alpha''$ 马氏体相变不能开动。随着能量的进一步增加(10和25次脉冲), 熔化层厚度也随之增加(如图6所示, 27次脉冲处理后, 熔化层厚度约为 $10 \mu\text{m}$), 熔化层中 α 析出相进一步溶解, 最终导致熔化层内 α 相几乎完全溶解。 α 相几乎完全溶解的熔化层快速凝固时先生成高温 β 相, 由于随后的快速冷却较难在亚稳 β 钛合金中诱发马氏体相变, β 相在强流脉冲电子束引起的应力诱发下生成了应

力诱发马氏体。

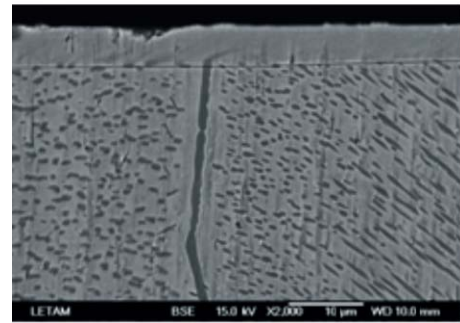


图6 27 keV, 25次脉冲强流脉冲电子束处理的 $\alpha+\beta$ (ST)样品的典型的截面形貌

另外如图5的EBSD结果所示, 27 keV, 10次脉冲处理后的样品中生成许多新的细小的 β 晶粒。这是由于电子束处理时发生了表面熔化(α 相和 β 相都会熔化)。熔化过程中, 熔融液体中的元素会重新分布并趋向均匀化, 但由于熔化时间很短且冷却过程迅速, 造成局部区域元素(尤其是 α 相析出物位置)分布较不均匀; 最终这些元素含量不均匀区域会成为凝固时新晶粒的成核中心, 进而长大形成新的 β 晶粒; 另外由于冷却凝固时间很短, 新形成的晶粒来不及长大, 所以新形成的 β 晶粒比较细小。

4 结论

采用强流脉冲电子束对含有 $\alpha+\beta$ 两相的亚稳 β 钛合金进行了表面处理。处理使用的加速电压为27 kV, 脉冲次数分别为5, 10和25次。脉冲持续时间为 $2 \mu\text{s}$ 。对处理后的样品表面形貌, 组织结构进行了分析。结论如下:

(1) 5次脉冲处理后的样品表面呈现波状特征, 扫描电镜分析显示波状特征为小孔或浅坑; 10和25次轰击处理后样品表面较为平整, 表面出现了层片状特征;

(2) 组织结构分析表明5次轰击后的样品表面开始出现 α'' 马氏体组织, 10和25次轰击的样品表面只有 α'' 马氏体的峰和 β 相的峰被检测到, 表明多次轰击处理导致表层 α 相逐渐消失;

(3) HCPEB处理产生的应力可以在亚稳 β 钛合金表层诱发相变产生正交 α'' 马氏体组织, 在一定程度上, 对认识和推断HCPEB处理亚稳 β 钛合金产生的应力大小具有十分重要的意义。

参考文献:

- [1] QIN Y, DONG C, SONG Z F, *et al.* Journal of Vacuum Science & Technology A, 2009, **27**(3): 430.
- [2] QIN Y, ZOU J X, DONG C, *et al.* Nucl Instr Meth B, 2004, **225**(4): 544.
- [3] LIU Zhijian, LE Xiaoyun, JIAG Xingliu. Nuclear Physics Review, 2005, **22**(1): 118. (in Chinese)
(刘志坚, 乐小云, 江兴流. 原子核物理评论, 2005, **22**(1): 118.)
- [4] GROSDIDIER T, COMBRES Y, GAUTIER E, *et al.* Metallurgical and Materials Transactions A, 2000, **31**(4): 1095.
- [5] GROSDIDIER T, PHILIPPE M J. Materials Science and Engineering A, 2000, **291**(1-2): 218.
- [6] GROSDIDIER T, ROUBAUD C, PHILIPPE M J, *et al.* Scripta Materialia, 1997, **36**(1): 21.
- [7] ZHANG X D, ZOU J X, WEBER S, *et al.* Surface and Coatings Technology, 2011, **206**: 295.
- [8] ZIMMERMANN F, HUMBERT M. Acta Materialia, Apr 2002, **50**(7): 1735.

Microstructure Evolution Occurring in the Modified Metastable β Titanium Alloy under High Current Pulsed Electron Beam Irradiation

ZHANG Xiangdong¹⁾, LIU Tianwei, LI Fangfang, XIAO Hong, LU Lei

(China Academy of Engineering Physics, Mianyang 621900, Sichuan, China)

Abstract: High current pulsed electron beam (HCPEB) surface treatment of a metastable β titanium alloy that initially consisted of an $\alpha+\beta$ double-phase microstructure has been employed with a various treating parameters. The parameters taken are as follows: accelerating voltage, 27 kV; pulse numbers, 5, 10 and 25, respectively; pulse duration, 2 μ s. The microstructure and surface morphology changes occurring in the modified surface were investigated with optical microscopy, scanning electron microscopy, electron backscatter diffractometry and X-ray diffractometry techniques. We found that the sample surface showed a wavy aspect after 5 pulse treatment. After 25 pulses, the treated sample turned flatter and showed a lamellar structure. Meanwhile the initial α phase in the surface layer diminished gradually while increasing the number of pulses. On the contrary, the α'' martensite phase induced by the stress generated by the HCPEB treatment was found in melted layer of the treated samples.

Key words: high current pulsed electron beam; metastable β titanium alloy; surface treatment; microstructure

Received date: 3 Nov. 2014; Revised date: 20 Dec. 2014

Foundation item: China Academy of Engineering Physics Science and Technology Development Foundation of(2012B0301047)

1) E-mail: zhangxiangdong@caep.cn.