

变形方式对工业纯钛室温 ECAP 组织及性能影响

杨西荣¹, 赵西成¹, 付文杰²

(1. 西安建筑科技大学, 陕西 西安 710055)

(2. 西部材料有限公司, 陕西 西安 710065)

摘 要: 采用 2 通道夹角 $\Phi=120^\circ$, 外圆角 $\Psi=20^\circ$ 的模具, 在室温分别采用 A 方式(相邻道次间试样不旋转)、B 方式(相邻道次间, 沿试样长度方向旋转 90° 进入下一道次)及 C 方式(相邻道次间, 沿试样长度方向旋转 180° 进入下一道次)成功实现工业纯钛 2 道次等径弯曲通道变形(ECAP), 观测分析试样显微组织和力学性能。结果表明: 在室温下按不同变形方式进行 ECAP 变形 2 道次后, 工业纯钛的强化效果基本相同。第 1 道次所形成的变形组织在第 2 道次变形时的变形机制及变形组织的演变规律因采取的变形方式而不同, 从而使得形成的组织形貌不同, B、C 方式皆可形成等轴状组织。

关键词: ECAP; 工业纯钛; 组织; 力学性能

中图法分类号: TG 146.2⁺3

文献标识码: A

文章编号: 1002-185X(2009)11-1910-06

等径弯曲通道变形(Equal Channel Angular Pressing, ECAP)是目前制备块状亚微晶和纳米晶材料最为有效的方法之一。它是使试样多次重复通过 2 个互成一定角度的等截面通道, 以获得剧烈塑性变形, 使试样晶粒细化, 并提高材料强度和塑性的方法。ECAP 变形可有效形成大角度晶界^[1-3](常规轧制、挤压及拉拔等变形方法形成具有小角度晶界的胞状结构^[4,5]), 获得平均晶粒尺寸达到亚微米甚至纳米级的组织, 从而改善试样的力学性能。以前的 ECAP 研究大多局限于易变形的立方结构纯金属及其合金(如 Al、Cu、Ni、碳钢等), 这些材料由于具备良好的室温加工性, 故易于采用通道夹角为 90° 的模具进行 ECAP 变形, 并最终获得超细晶组织。但是将 ECAP 技术应用到密排六方结构的金属, 如钛及其合金, 具有极大的挑战性。这些材料拥有的滑移系比立方结构金属少, 室温可加工性差, ECAP 变形困难。

国外目前对工业纯钛 ECAP 变形都是通过升高挤压温度来实现的, 如 Stolyarov 等^[6]在 $400\sim 450^\circ\text{C}$ 成功实现了纯钛的 ECAP 变形; Kim 等^[7]在 $200\sim 600^\circ\text{C}$ 也实现了纯钛的 ECAP 变形。但升高加工温度将导致晶粒尺寸增大^[8,9], 使得组织细化和强化效率下降^[10], 与室温变形相比必须进行更多道次的变形才有可能达到相同的细化效果, 但很难获得纳米组织, 并且高温变形对模具材料的要求更高。而 Semiatin 等^[11]在室温下对工业纯钛进行 ECAP 变形, 无论采用什么挤压速度,

结果试样均碎裂。赵西成等^[12-15]通过改变模具参数、挤压变形条件(挤压速度、润滑工艺等), 采用通道夹角为 120° 的模具在室温成功实现工业纯钛的单道次和 4 道次 ECAP 变形, 制备的变形试样表面光滑无裂纹。

多道次 ECAP 可通过不同变形方式 A、B、C 实现。不同挤压方式所产生的宏观剪切变形最早由 Iwahashid 等^[16]进行了描述(如图 1)。但变形方式对 ECAP 变形组织和性能的影响仍存在着分歧: Gholinia^[17]利用 120° 模具对 Al-0.13Mg 合金进行 ECAP 变形, 获得 A 方式的细化效果最为明显。大多数研究者^[18,19]则认为采用 90° 模具变形时, B_C 方式是获得晶粒细化的最佳方式。而最近 Furuno^[20]等研究认为, 采用 60° 夹角的模具, 通过 B_C 方式可获得最佳的晶粒细化效果。这些结果表明, ECAP 变形中晶粒的细化效果不但与变形方式有关, 而且还受到变形模具的通道夹角的影响。立方结构金属在 ECAP 变形中晶粒细化主要取决于包含高密度位错的亚晶界形成。而工业纯钛室温 ECAP 变形由于位错滑移发生的同时伴随有孪晶变形, 其细化机制与立方结构金属不同。因此为提高工业纯钛室温 ECAP 变形晶粒细化的效率和力学性能, 必须对工业纯钛室温 ECAP 变形机理及变形方式对组织演化的影响进行研究。由于 ECAP 变形初期微观结构的变化最为显著, 并会影响到以后各道次的微观结构变化, 本实验利用 120° 模具对工业纯钛采用 3 种变形方式进行 2 道次 ECAP 变形, 以研究不同变形方式对组织演化的影响。

收到初稿日期: 2008-12-11; 收到修改稿日期: 2009-06-12

基金项目: 国家自然科学基金项目(50874086)资助

作者简介: 杨西荣, 男, 1971 年生, 博士研究生, 副教授, 西安建筑科技大学冶金工程学院, 陕西 西安 710055, 电话: 029-82202923, E-mail: lazy_yxr@163.com

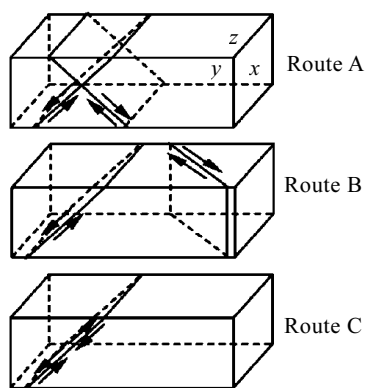


图 1 不同变形方式的宏观剪切方式

Fig.1 Macroscopic shearing patterns associated with different processing routes^[16]

1 实 验

实验所用材料为热轧态的工业纯钛(TA2), 化学成分为: 0.13% O、0.004 %H、0.01 %N、0.04 %C、0.12 %Fe, 其余为 Ti 基体(质量分数)。其组织为等轴状的单相 α 组织, 平均晶粒尺寸约为 12 μm (如图 2)。实验时, 先将钛板切割成 15.0 mm×15.0 mm×80 mm 的 ECAP 试样, 然后在压力机上以 2 mm/s 的挤压速度分别采用 A、B 及 C 方式进行 2 道次 ECAP 变形。变形时采用的模具通道夹角 $\Phi=120^\circ$, 外圆角 $\Psi=20^\circ$, 并利用自制复合润滑剂来减小变形试样与模具间的摩擦。最后, 对获得变形试样进行微观组织观察和力学性能测试。

金相和电镜试样沿变形试样横断面截取, 分别用 XJZ-6A 光学显微镜及 JEM200-CX 透射电子显微镜进行观察。拉伸试样沿变形试样纵向截取, 试样尺寸选取国内外材料学者广泛采用的尺寸: 10 mm×4 mm×2 mm。拉伸试验在 WDW-100 型电子拉伸机上进行。用

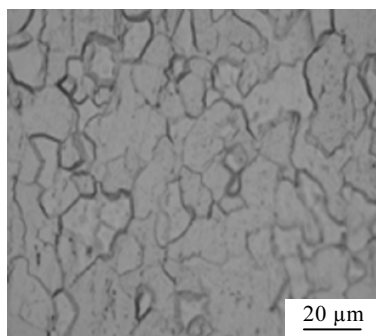


图 2 工业纯钛TA2的原始组织

Fig.2 OM micrograph of the as-received CP-Ti

401MWD 型数显显微维氏硬度计测量硬度, 加载时间为 10 s, 加载载荷为 2.94 N, 为精确测量, 每个试样从不同部位测试 10 个点后取其平均值。

2 结果和讨论

分别采用 A、B 及 C 方式进行 2 道次变形后的试样实物如图 3 所示(试样的挤出方向由上自下)。由图可知, 无论采用何种 ECAP 变形方式, 均可获得表面光滑无裂纹的试样。

2.1 光学组织

工业纯钛在室温 1 道次 ECAP 变形试样的 X 面(断面, 垂直于试样纵轴的平面)、Y 面(侧面)和 Z 面(平行上下表面)的光学显微组织如图 4 所示。由图可看出 1 道次挤压后组织结构特征: X 面的晶粒被拉长, 但无明显的方向性。在 Y 面形成与 X 轴(图中水平方向)成约 43° 角的变形组织, 这一特点和立方金属经单道次 ECAP 变形后形成的流线相类似, 是由于挤压操作中剪切变形而产生, 但该变形结构中存在有大量孪晶, 特别观察到存在 2 种不同取向的孪晶(图 4b 中 A、B 处)。在 A 处分布在晶粒中的孪晶与变形组织方向相同。而在 B 处孪晶则与挤压变形组织的取向具有一定夹角。这与 Shin^[21]在 350 $^\circ\text{C}$ 采用 90° 模具对纯钛进行 ECAP 变形所获得的结果一致。而 Z 面的组织仍近似为等轴状。与原始组织相比, 3 个面晶粒明显碎化, 晶界比较清晰但不规整, 且晶粒内存在大量的孪晶。

图 5 所示为试样在室温分别采用 A、B、C 方式进行 2 道次 ECAP 变形后, X 面、Y 面和 Z 面的光学显微组织。采用 A 方式挤压后, X 面的晶粒恢复为等轴晶, Y 面的晶粒被进一步拉长, 方向性更为明显, 与纵轴(图中水平方向)夹角约为 33° , Z 面的晶粒则基本保持等轴。这主要由于采用 A 方式挤压时, 不同道次的剪切面虽然不同(如图 1), 但在第 2 道次与第 1 道次

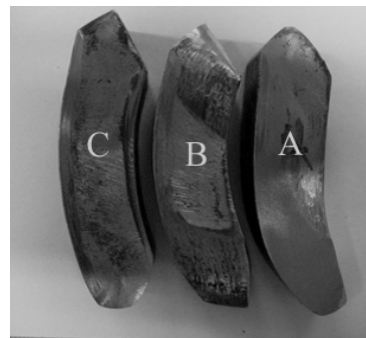


图 3 工业纯钛经不同 ECAP 变形方式 2 道次的试样

Fig.3 Samples of CP-Ti after the second ECAP pass via route A, B, C

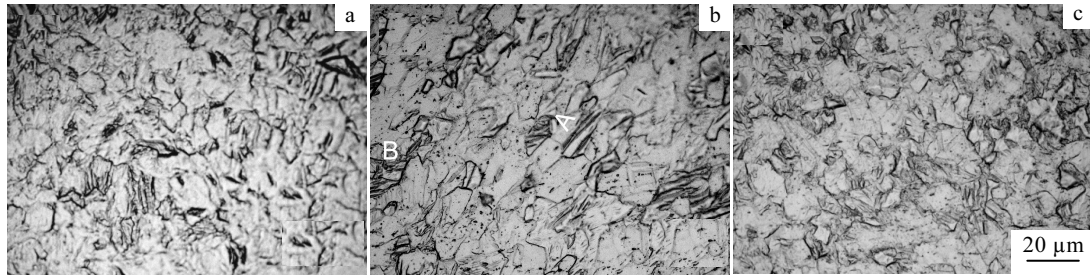


图 4 工业纯钛ECAP变形1道次的光学组织

Fig.4 OM micrographs of CP-Ti after a single ECAP pass: (a) *X* plane, (b) *Y* plane, and (c) *Z* plane

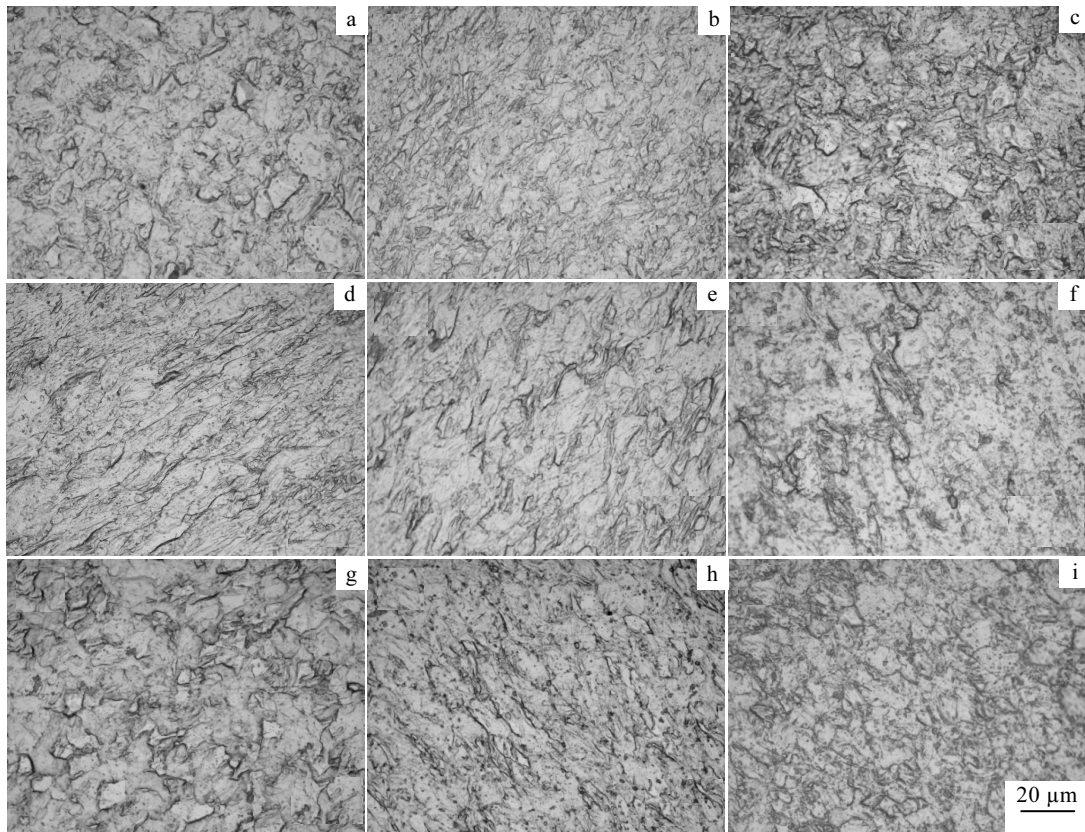


图 5 工业纯钛不同ECAP变形方式2道次的光学组织

Fig.5 OM micrographs of CP-Ti after the second ECAP pass: (a), (d), (g) corresponding *X*, *Y*, and *Z* plane respectively, via route A; (b), (e), (h) corresponding *X*, *Y*, and *Z* plane respectively, via route B; (c), (f), (i) corresponding *X*, *Y*, and *Z* plane respectively, via route C

变形时试样不旋转, 故剪切主要发生在 *Y* 面, 晶粒被拉长, 而 *X* 面则由于 2 次剪切面存在一定夹角, 晶粒在不同剪切面的剪切作用使先前拉长的晶粒有所恢复。采用 **B** 方式进行挤压后, 在 *X* 面、*Y* 面和 *Z* 面上晶粒皆沿不同方向被拉长, 这主要是由于 **B** 方式进行挤压时, 在相邻道次试样的旋转引起试样的 *Y* 面和 *Z*

面发生改变, 在不同的道次变形时剪切面不相同(4 个道次一循环), 故材料的 *X*、*Y* 和 *Z* 这 3 个平面皆发生剪切, 从而使得晶粒在 3 个方向皆被拉长, 且变形组织倾角基本在 $35^{\circ}\sim 42^{\circ}$ 。采用 **C** 方式进行挤压后, 在 *X* 面、*Y* 面及 *Z* 面上晶粒都为等轴晶。因为采用 **C** 方式进行挤压时, 每道次挤压试样总是在相同的剪切面上

发生剪切,但在相邻道次间的剪切方向相反(如图1),从而在第2道次挤压时,1道次挤压在 X 和 Y 面产生的变形组织被第2次挤压所抵消,拉长晶粒又被复原到等轴晶。

2.2 TEM 观察

赵西成等^[12]等研究表明,工业纯钛在1道次室温ECAP变形时,位错滑移和孪晶是同时发生的,孪晶的产生诱发新滑移系形成,从而使得工业纯钛的室温ECAP变形得以继续。变形后原始晶粒被拉长,晶粒内部形成一组具有方向性且相互平行的板条状组织。

采用A方式进行2道次ECAP变形后,变形组织仍为板条状(图6)。其边界模糊不清,形状较为弯曲(如图6a)。板条内位错密度高,形成了大量的位错缠结,经进一步演化将形成胞状亚组织。图6b显示的是一条较为粗大的板条(其边界在图中标示为A),在粗大板条内部存在有不同于其方向的一组近似平行窄板条(图中B所示),这说明在A方式ECAP变形过程中,在板条内至少有2种滑移系同时开动。

图7为采用B方式进行2道次ECAP变形试样 X 面的透射电镜组织。由图7a可知,其变形组织主要为

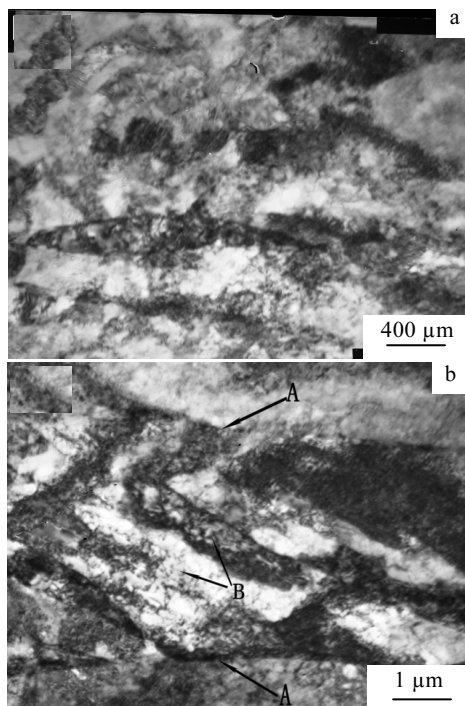


图6 A方式ECAP变形2道次试样的TEM组织

Fig.6 TEM images of CP-Ti after the second ECAP pass via route A: (a) bands structure and (b) shear bands with different orientations crossed each other

板条状组织,与A方式ECAP变形所形成的板条相同,其边界较为弯曲,在部分板条内部含有高密度位错,但还未形成明显的位错胞。图7b为胞状结构,从图中可明显看到这种胞状结构是由不同方向板条相互切割形成的,这主要是因为B方式挤压时2次挤压的剪切面不同所致。胞状结构边界由高密度位错缠结和位错墙隔开,胞内位错密度较低,部分位错墙已转化为亚晶界(如箭头所示)。从图7c可看出位错胞已转化为亚晶组织,界面较为清晰。相应的SAED(图7d)显示衍射斑点被严重拉长,表明形成的亚晶界间取向差较大,经测量其间取向差为 $15^{\circ}\sim 20^{\circ}$ 。

与A方式和B方式相比,C方式位错密度明显降低,且变形组织不再是板条状组织,而转变为由位错缠结形成的块状组织(图8)。主要原因是C方式不同道次的剪切面相同(图1),晶粒总是沿同一剪切方向进行变形,在剪切力的作用下位错运动引起位错密度急剧增加,提高了材料本身的能量,从而导致产生松弛结构的胞状组织,以降低材料的能量。

胞状组织的形成主要是通过群集位错来实现,由于群集位错可使位错间的相互作用减小。群体形成的胞状组织仍为等轴状,胞内的位错密度大大减小,胞壁的位错排列逐渐规则,胞界逐渐清晰明显,变形组织产生了动态回复。由图可看到块状组织尺寸约为 $0.3\mu\text{m}$ (如图8a)。相应的SAED花样(图8b)显示出衍射斑点均匀被拉长呈环状,表明其亚结构已经开始形成,与B方式SAED花样相比,这些亚结构间取向差为 $5^{\circ}\sim 10^{\circ}$ 。

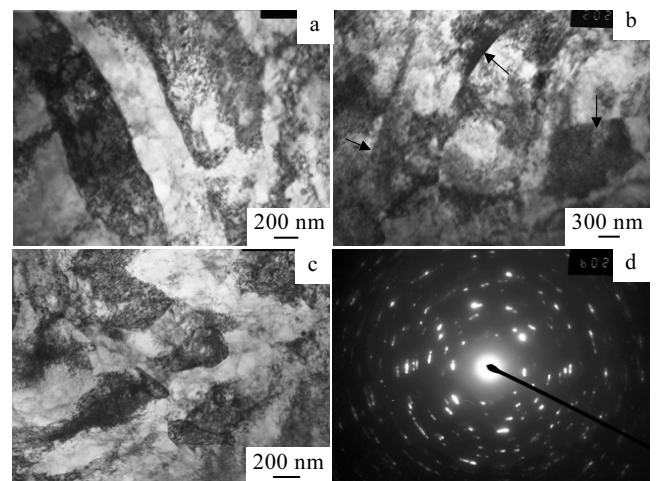


图7 B方式ECAP变形2道次试样的TEM组织

Fig.7 TEM images of CP-Ti after the second ECAP pass via route B: (a) bands structure, (b) cellular structure, (c) subgrains, and (d) corresponding SAED pattern of Fig.7c

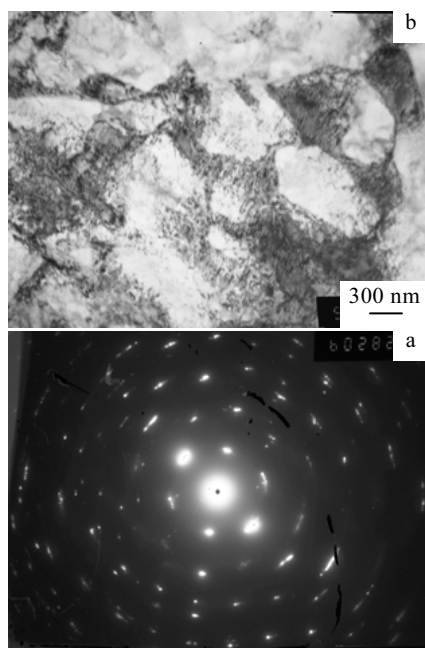


图 8 C 方式 ECAP 变形 2 道次 X 面块状组织及 SAED 花样

Fig.8 TEM images of CP-Ti after the second ECAP pass via route C: (a) block structure and (b) corresponding SAED pattern of Fig.8a

2.3 力学性能

工业纯钛经 3 种方式 ECAP 变形后, 由于产生了加工硬化, 位错不断积累, 断裂强度显著提高。在室温经 A、B、C 3 种方式 ECAP 变形 2 道次后, 抗拉强度由原始的 474 MPa 分别提高到 675、672 和 696 MPa, 相应的延伸率也由 36.4% 分别降到 16.8%、13.6% 和 15.0% (如表 1)。由表 1 知, 工业纯钛经 3 种方式室温 ECAP 变形 2 道次后试样的抗拉强度和延伸率相差不大, 在同一量级。

综上所述, 工业纯钛经不同方式 2 道次 ECAP 变形后, 其微观组织形貌表现出不同的形式: A 方式和 B 方式 ECAP 的变形组织主要为板条状组织, C 方式主要为块状组织; B 方式由于不同道次板条组织的相互交叉, 使得板条组织在变形时被切割成胞状组织,

表 1 工业纯钛原始及不同 ECAP 变形方式试样的力学性能

Table 1 Mechanical properties of as-received and as-pressed CP-Ti for two ECAP passes via route A, B, C

Route	σ_s /MPa	σ_b /MPa	δ /%	HV/MPa
As-received	390	474	36.4	1 589
A	560	675	15.4	2 311
B	560	672	14.6	2 368
C	570	696	15.0	2 356

而 C 方式的块状组织则是由于以降低系统能量而由位错群集所形成。由于各种变形方式 2 道次变形后所产生的微观组织的平均尺寸在同一量级, 故不同变形方式对工业纯钛力学性能的影响不是很大, 其强度, 延伸率及硬度差别不大。

3 结 论

1) 成功实现了室温下工业纯钛不同方式 2 道次 ECAP 变形, 获得表面光滑无裂纹的试样。

2) 工业纯钛在室温经不同方式 2 道次 ECAP 变形后, 组织形貌取决于变形方式: A 方式和 B 方式 ECAP 的变形组织主要为板条状组织; C 方式主要为块状组织。

3) 不同方式 ECAP 变形 2 道次后, 皆可大幅度提高工业纯钛的断裂强度、显微硬度, 同时保持足够的延伸率, 但变形方式对力学性能提高影响不大。

4) 采用 B、C 方式 ECAP 变形, 皆可形成等轴胞状结构。B 方式产生的胞状组织主要由板条间相互交割而形成, 而 C 方式块状组织则是由于以降低系统能量而由位错群集所形成。

参考文献 References

- [1] Alexandrov I V *et al. Metall Mater Trans*[J], 1998, A29: 2253
- [2] Valiev R Z, Korznikov A V, Mulyukov R R. *Mater Sci Eng*[J], 1993, A168: 141
- [3] Segal V M. *Mater Sci Eng*[J], 1999, A271: 322
- [4] Langford G, Cohen M. *Trans ASM*[J], 1969, 62: 623
- [5] Pavlov V A. *Phys Metal Metall*[J], 1989, 67: 924
- [6] Stolyarov V V, Zhu Y T, Alexandrov I V *et al. Mater Sci Eng*[J], 2001, 299 A: 59
- [7] Kim I, Kim J, Shin D H *et al. Mater Sci Eng*[J], 2003, 342A: 302
- [8] Delo D P, Semiatin S L. *Metall Mater Trans*[J], 1999, 30(5): 1391
- [9] Semiatin S L, Delo D P. *Materials and Design*[J], 2000, 21: 311
- [10] Yamashita A, Yamaguchi D, Horita Z *et al. Mater Sci Eng*[J], 2000, A287: 100
- [11] Semiatin S L, Segal V M, Goforth R E *et al. Metall Mater Trans*[J], 1999, 30 A: 1425
- [12] Xicheng Zhao, Wenjie Fu, Xirong Yang *et al. Scripta Materialia*[J], 2008, 59: 542
- [13] Fu Wenjie(付文杰), Zhao Xicheng(赵西成), Yang Xirong(杨西荣) *et al. Hot Working Technology (热加工工艺)*[J], 2007, 36(18): 21

- [14] Fu Wenjie(付文杰), Zhao Xicheng(赵西成), Yang Xirong(杨西荣) *et al. Chinese Journal of Materials Research(材料研究学报)*[J], 2008, 22(3): 303
- [15] Yang Xirong(杨西荣), Zhao Xicheng(赵西成), Fu Wenjie(付文杰). *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2009, 38(6): 955
- [16] Iwahashi Y, Horita Z, Nemoto M *et al. Acta Mater*[J], 1998, 46(9) : 3317
- [17] Gholinia A, Prangnell P B, Markushev M V. *Acta Mater* [J], 2000, 48: 1115
- [18] Vladimir V Stolyarov, Theodore Zhu Y, Igor V Alexandrov *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2001, 299: 59
- [19] Cao W Q, Yu S H, Chun Y B *et al. Materials Science and Engineering A*[J], 2005, 395: 77
- [20] Furuno K, Akamatsu H, Ohishi K *et al. Acta Mater*[J], 2004, 52: 2497
- [21] Shin D H, Kim I, Kim J *et al. Acta Materialia*[J], 2003, 51: 983

Influence of ECAP Routes on the Microstructure and Properties of CP-Ti at Room Temperature

Yang Xirong¹, Zhao Xicheng¹, Fu Wenjie²

(1. Xi'an University of Architecture & Technology, Xi'an 710055, China)

(2. Western Metal Materials Co. Ltd., Xi'an 710065, China)

Abstract: The influence of equal channel angular pressing (ECAP) routes on the microstructure and properties of hcp commercial-purity titanium (CP-Ti) was investigated. Samples were successfully deformed at room temperature via three different processing routes: A, B, and C, using a die with an internal angle Φ of 120° and an outer curvature angle Ψ of 20° . After two passes, the microstructure and mechanical properties of as-pressed CP-Ti were studied. The results show that the ultimate strength and microhardness of CP-Ti billet were sharply enhanced after two ECAP passes by three ECAP routes at room temperature. But the ECAP route does not have significant effect on the strength and the microhardness of as-pressed CP-Ti. The microstructure developments occurred during the first pass, such as grain shape and deformed mechanism, vary with different routes during the second ECAP pass.

Key words: ECAP; commercial purity titanium; microstructure; mechanical properties

Biography: Yang Xirong, Candidate for Ph. D., Associate Professor, School of Metallurgical Engineering, Xi'an University of Architecture & Technology, Xi'an 710055, P. R. China, Tel: 0086-29-82202923, E-mail: lazy_yxr@163.com