

# 累积叠轧 TC4 合金超细晶组织的制备

王 点, 李仲洋, 彭武贤, 陈逸晖, 刘国怀, 王昭东

(东北大学 轧制技术及连轧自动化国家重点实验室, 辽宁 沈阳 110819)

**摘要:** 通过累积叠轧技术对 TC4 合金进行超细晶组织的制备, 考察了 TC4 合金的热变形特点以及叠轧工艺窗口, 研究了叠轧工艺参数和热处理制度对叠轧板材界面结合和微观组织的影响。结果表明, TC4 合金的应力-应变曲线表现为动态回复特征, 热模拟时在较高加热温度( $\geq 700$  °C)和低应变速率( $\leq 0.1$  s<sup>-1</sup>)下能够实现强烈塑性变形。对 TC4 合金进行叠轧界面的防氧化处理后, 并在加热温度为 720 °C、轧制速度小于 0.5 m/s 时, 获得良好的结合界面和板材质量。累积叠轧变形过程是  $\alpha/\beta$  协同变形和剪切变形综合作用的结果, 组织中存在拉长的条带组织以及大量的剪切带。随着叠轧层数的增加, 条带组织的间距逐渐变小, 同时剪切带组织逐渐增加, 在叠轧 16 层(变形量为 93.75%)后条带间距为 245 nm。热处理过程中随着加热温度的增高, 溶质扩散和再结晶过程促进了界面结合并最终与基体保持一致。叠轧 16 层的 TC4 板材在 700 °C/60 min 的热处理过程中能够实现完全再结晶, 获得晶粒尺寸为 300~600 nm 的超细晶组织。

**关键词:** TC4 合金; 累积叠轧; 超细晶; 界面结合

中图法分类号: TG146.23

文献标志码: A

文章编号: 1002-185X(2018)10-3104-08

TC4(Ti-6Al-4V)合金是一种典型的( $\alpha+\beta$ )双相钛合金, 因其具有低密度、优异的高温强度以及良好的耐腐蚀性等性能而被广泛应用于航空航天、汽车、医疗等领域<sup>[1-3]</sup>, 而超细晶组织的制备可以显著提高其使用性能、生物相容性和超塑性成型能力<sup>[4,5]</sup>。目前, 累积叠轧技术(accumulative roll bonding, ARB)已被广泛应用于铝合金、铜合金和钢材等金属材料, 可以有效进行细晶组织的制备。然而, 通过累积叠轧技术对钛合金进行超细晶组织制备的研究较少<sup>[6-8]</sup>。对于 TC4 钛合金, 存在变形抗力高和高温易氧化等问题, 在叠轧焊合过程中容易出现界面氧化、焊合不完全、变形开裂等现象, 大塑性变形条件下的叠轧工艺窗口及其对叠轧焊合界面的影响尚不清楚。因此, 对 TC4 合金的累积叠轧工艺及其对界面结合和组织演化的影响进行深入研究很有必要。

目前针对大塑性变形条件下密排六方结构金属的组织演化规律研究较少, 如镁合金、钛合金等<sup>[9,10]</sup>。具有  $\alpha/\beta$  两相的 TC4 合金变形行为与体心立方金属显著不同, 其滑移系数量较少, 容易发生局部过热引起变形不均匀。在大塑性变形条件下, 热变形工艺-后期热处理中的再结晶过程、组织和晶粒尺寸的控制具有复杂变化。因此, 考察 TC4 合金在累积叠

轧过程的组织演化规律对超细晶组织的制备具有指导意义。

本实验通过累积叠轧技术对 TC4 合金进行超细晶组织的制备。考察 TC4 合金的热变形行为和加工区间, 掌握 TC4 合金的累积叠轧工艺方法, 研究叠轧工艺参数对界面结合和微观组织的影响, 并进一步通过对叠轧工艺和热处理制度的优化获得良好的界面结合和超细晶组织。

## 1 实 验

TC4 合金由真空自耗电弧炉三次重熔, 测定其相变点为 964 °C。铸锭经  $\beta$  相区开坯锻造后, 在  $\alpha+\beta$  两相低温区进行轧制, 最后进行均匀化退火处理, 获得具有等轴组织的板材, 晶粒尺寸在 6~10  $\mu\text{m}$  之间。

通过电火花线切割获得  $\Phi 6$  mm×12 mm 的 TC4 钛合金圆柱试样, 在 MMS-300 热力模拟试验机上进行单道次等温压缩试验。变形温度为 500~950 °C, 应变速率为 10~0.01 s<sup>-1</sup>, 变形量为真应变 0.5。分析不同变形条件下的真应力-应变曲线, 研究 TC4 合金的热变形行为和加工工艺区间。

累积叠轧实验在  $\Phi 450$  异步轧机上进行, 选取尺寸为 2 mm×80 mm×120 mm 的 TC4 钛合金板材,

收稿日期: 2017-10-27

基金项目: 十三五国家重点研发计划(2016YFB0301201, 2016YFB0300603); 国家自然科学基金(51504060); 辽宁省科学技术计划项目博士启动基金(201501150)

作者简介: 王 点, 男, 1994 年生, 硕士生, 东北大学轧制技术及连轧自动化国家重点实验室, 辽宁 沈阳 110819, 电话: 024-83686739, E-mail: 915344780@qq.com

板材表面进行打磨处理、边缘封焊和界面防氧化处理，在不同的加热温度( $500\sim750\text{ }^{\circ}\text{C}$ )和轧制速度( $0.3\sim1\text{ m/s}$ )下进行叠轧实验，首道次下压量为50%，累积叠轧过程如图1所示。进行不同叠轧工艺参数的实验后，考察叠轧板材界面结合和组织演化情况。将制备的试样进行筛选，用电火花切割和牙托粉镶嵌，制成便于打磨的试样，用砂纸打磨，进行抛光腐蚀，腐蚀剂为 $\text{HNO}_3:\text{HF}:\text{H}_2\text{O}=1:1:18$ 。应用Olympus-GX-71金相显微镜(OM)以及Quantan-200型扫描电镜(SEM)进行微观组织分析。

## 2 结果与讨论

### 2.1 TC4合金的热变形行为及加工区间

图2显示了TC4合金在一定加热温度和应变速率范围内的热变形工艺窗口。通过对TC4合金热模拟试样进行观察，试样在较低温度下( $\leq 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ )和较高的应变速率下( $\geq 0.1\text{ s}^{-1}$ )变形能力较差，存在开裂和变形扭曲现象，如图2所示。在这种条件下进行大下压量的累积叠轧实验容易造成板材开裂。基于累积叠轧过程中对晶粒细化效果和获得大变形量的要求，可以选取在 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上和低应变速率下进行叠轧实验，进而降低变形抗力和增加界面结合时间，获得良好的叠轧板材质量。

TC4钛合金热模拟试验的真应力-应变曲线如图3所示。在热变形的开始阶段，变形应力导致位错开动，同时新的位错产生并迅速增殖，产生加工

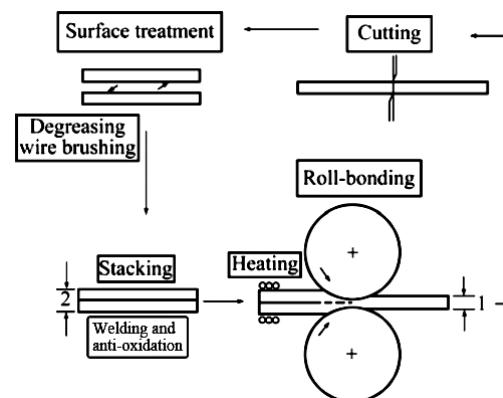


图1 TC4合金累积叠轧过程示意图

Fig.1 Schematic diagram of the accumulative rolling bonding for TC4 alloy<sup>[4]</sup>

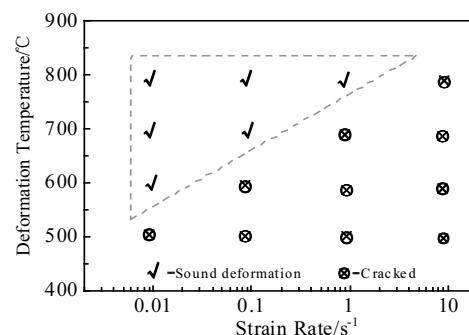


图2 TC4合金的热变形工艺窗口

Fig.2 Processing window of TC4 alloy

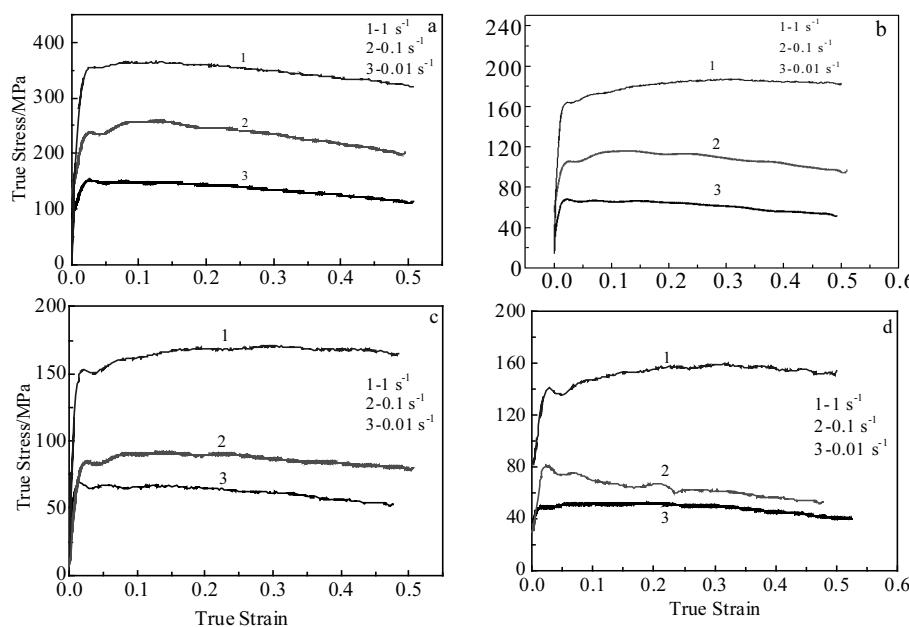


图3 不同变形条件下TC4合金的真应力-应变曲线

Fig.3 True stress-true strain curves of TC4 alloy under different temperatures and strain rates: (a)  $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ , (b)  $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ , (c)  $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ , and (d)  $800\text{ }^{\circ}\text{C}$

硬化。应力随应变的增加而迅速增大，直至出现峰值应力。随后发生流变软化，应力随应变的增加呈减小趋势。当应变达到一定程度时，软化与硬化作用保持平衡，流变应力曲线趋于稳定。

TC4 合金热压缩过程的变形行为主要存在以下特点：热变形过程中表现为动态再结晶，在达到峰值应力后，应力曲线发生明显下降。这是由于  $\alpha/\beta$  两相组织综合作用的结果，变形机制主要以晶界滑移为主<sup>[11]</sup>。同时，变形热效应引起的温升以及发生  $\alpha \rightarrow \beta$  转变，导致变形抗力呈现下降趋势。而在较高的应变速率下，下降趋势不明显，此时是由于应变速率的增加减少了再结晶过程的发生，使得软化作用下降。除此之外，在相同应变速率下，随着变形温度升高流变应力显著下降。这是因为原子热运动加剧，温度提升使得位错运动加剧，同时  $\alpha \rightarrow \beta$  转变也促进了流变应力降低，从而使晶粒之间变形协调性得到改善。

TC4 合金的峰值应力随着变形温度和应变速率的增加具有显著变化。当变形温度一定时，峰值应力随应变速率的增加而升高，说明 TC4 合金为正应变速率敏感材料。应变速率的增加使得变形过程缩短，金属内部的畸变程度加剧，同时动态回复、动态再结晶和晶界滑移的软化过程难以充分进行，导致变形抗力增加。而累积叠轧过程中叠轧界面需要足够的接触时间进行界面结合，而低速轧制过程能够促进界面结合并显著降低变形抗力。除此之外，TC4 合金的峰值应力随着温度的降低显著升高，低温轧制过程中存在较大的变形抗力，容易造成板材开裂，导致板材质量下降。相对于纯钛在室温下进行累积叠轧能够获得良好的界面结合效果和板材质量，具有较高变形抗力的 TC4 合金往往需要足够的变形温度降低变形抗力和促进界面结合<sup>[12, 13]</sup>。

## 2.2 TC4 合金累积叠轧工艺的制定

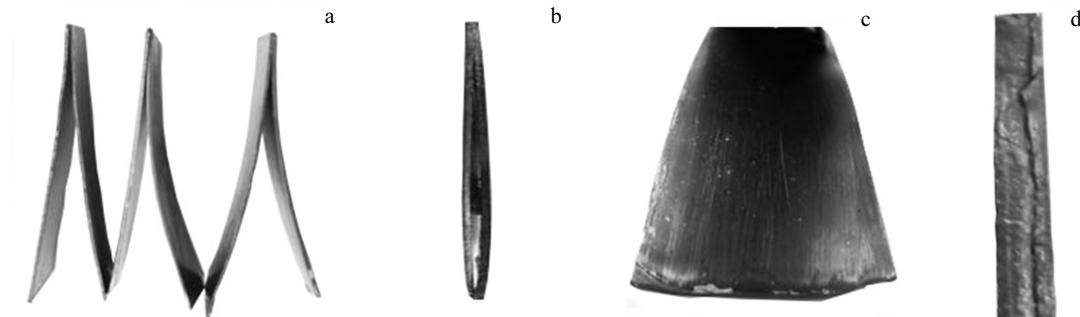


图 4 TC4 合金累积叠轧过程中出现的宏观缺陷

Fig.4 Macroscopic defects of ARB processed TC4 alloy: (a) debond of the bonding interface, (b) incomplete bonding interface, (c) surface oxidation, and (d) non-uniform deformation

图 4 显示了前期累积叠轧 TC4 合金板材的宏观缺陷。采用不同的加热温度和轧制速度进行叠轧实验，该过程中发现 TC4 叠轧板材容易出现开裂、表面氧化和焊合不完全等问题。其中焊合开裂与轧制工艺制度和界面处理有关，当温度较低和轧制速度较快时，容易出现叠轧板材开裂和界面结合不完全现象，如图 4a, 4b 所示。这是由于接触界面的结合时间较短以及原子扩散速度较慢造成的。同时，钛合金较高的变形抗力也使其界面结合与钢材、镁合金、铝合金存在较大区别，容易导致变形量不足使得叠轧界面结合程度下降。而在较高温度( $\geq 600$  °C)的轧制过程中，钛合金表面发生严重氧化，阻碍叠轧界面结合，如图 4c 所示。另外，TC4 叠轧板材的封焊方式影响轧制变形的均匀性，采取防氧化涂层有利于实现叠轧过程的均匀变形。

综上所述，TC4 合金累积叠轧过程中需要在一定的加热温度下采取防氧化处理，并采用多层次、大压下和低速轧制的工艺制度，从而可以降低变形抗力并实现较大的下压量，提高板材轧制效率，获得钛合金良好的叠轧界面结合和板材质量。

表 1 显示了 TC4 合金进行防氧化处理后累积叠轧工艺参数对界面结合程度的影响。该过程中采用四层叠合和两道次轧制的工艺制度，首道次保证下压量为 50%。在轧制温度较低时( $< 700$  °C)，叠轧板材容易出现焊合开裂和大量边部裂纹等问题，随着叠轧温度的增高，叠轧界面具有较好的结合。这与叠轧温度升高促进叠合界面的原子扩散有关。同时轧制速度对叠轧界面影响较大。轧制速度较高时增加了变形抗力并降低了界面的结合时间。当轧制速度较低时( $< 0.5$  m/s)，叠轧界面焊合程度良好。如上所述，在加热温度高于 700 °C、轧制速度低于 0.5 m/s 时可以实现 TC4 合金良好的叠轧焊合。

表 1 不同叠轧工艺条件下累积叠轧 TC4 合金的界面焊合情况

Table 1 Effect of temperature and rolling speed on the interface bonding for TC4 alloy during ARB process

Rolling speed/ $m \cdot s^{-1}$	Rolling temperature/°C				
	500	600	700	800	900
0.5	Splitting	good	good	good	good
1	Splitting	Splitting	good	good	good

图 5 显示了 TC4 合金叠轧界面随轧制温度和叠轧层数的变化。在变形温度为 600 °C 时, 叠合界面未完全焊合, 结合界面缝隙较宽, 叠轧界面出现部分开裂, 如图 5a 所示。随着变形温度的升高, 叠合板材界面焊合程度逐渐增加, 变形温度为 650 °C 时部分叠轧界面与基体保持一致。当变形温度升高到 700 °C 时, 叠合的板材大部分结合到一起, 结合面缝隙显著减少, 如图 5c 所示。在变形温度和轧制力的综合作用下, 叠轧过程中剪切力发挥较大作用, 促进表面金属层发生破裂, 新的金属层能够促进原子扩散, 叠合界面能够焊合并与基体保持一致。除此之外, 累积叠轧 TC4 合金板材结合界面随着叠轧层数的增加界面结合强度逐渐增加, 如图 5d~5f 所示。在进行 8 层叠轧后, 叠轧界面宽度变窄, 且逐渐消失, 并与基体保持一致, 如图 5d。在经历 16 层叠轧后, 厚度方向上较难发现结合界面, 与基体具有一致的组织形态, 只在界面处发现少量拉长的

条状凸起, 这可能是因为界面处理过程中的加工硬化所导致的, 如图 5e~5f 所示。综合上述结果, 在累积叠轧过程中进行防氧化处理, 并在较高的变形温度和叠轧层数下能够获得良好的界面结合, 与变形基体组织保持一致。

上述结果表明, 随着叠轧层数的增加, 在变形应力和温度的共同作用下, TC4 板材的叠轧界面逐渐消失并具有较高的结合强度。叠轧界面的消失主要是因为该处在变形过程中发生界面的断裂和颈缩现象。随着应变的增加, 叠轧界面距离逐渐减小, 两侧的金属材料向界面移动并在该处发生剧烈变形, 无限靠近的过程实质上是原子扩散的过程。同时轧制过程的剪切作用会使得叠轧界面发生扭转破坏, 界面处生成的剪切带和大量小角度晶界会促进界面结合。随着位错能的堆积, 界面处发生再结晶, 晶粒长大后界面逐渐消失, 结合界面被两侧的金属“吞噬”, 导致结合界面与基体保持一致。

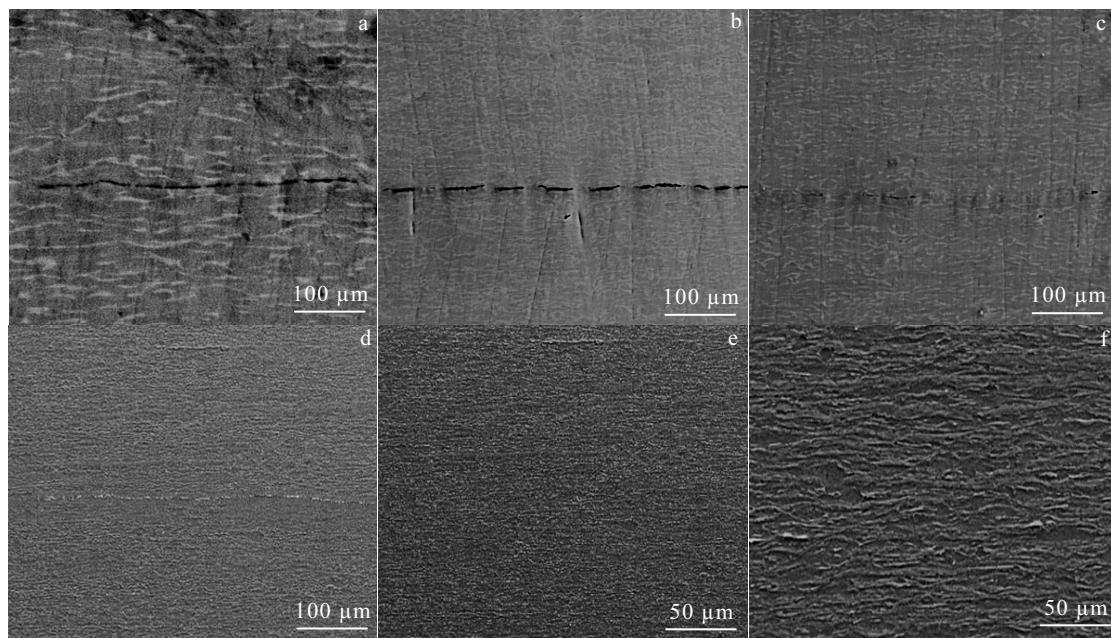


图 5 TC4 合金叠轧界面随变形温度和叠轧层数的变化

Fig.5 Evolution of bonding interfaces with rolling temperature and number of layers for the ARB processed TC4 alloy: (a)  $T=600$  °C,  $L=2$  layers; (b)  $T=650$  °C,  $L=2$  layers; (c)  $T=700$  °C,  $L=2$  layers; (d)  $T=720$  °C,  $L=8$  layers; (e)  $T=720$  °C,  $L=16$  layers; (f) microstructure for  $T=720$  °C,  $L=8$  layers

图 6 显示了 TC4 合金在累积叠轧后随层数变化的微观组织演化。原始的 TC4 合金由等轴  $\alpha$  相和晶界的  $\beta$  相组成, 晶粒尺寸在 6~10  $\mu\text{m}$  之间。在经过 2 层叠轧处理后, 晶粒逐渐拉长变形, 其中晶界处的  $\beta$  相变形程度较大, 呈现短条状, 而  $\alpha$  相呈现为椭球状, 如图 6a 所示。这是因为在该温度下  $\beta$  相较软, 容易变形。同时表明组织中  $\alpha$  相和  $\beta$  相具有协同变形的特点。随着叠轧层数的增加, 微观组织表现为灰色基体上分布着拉长的  $\beta$  相和变形条带组织, 变形条带组织随着叠轧层数增加, 间距逐渐变小, 如图 6b, 6c 所示。同时拉长变形的  $\beta$  相随着变形程度的增加发生断裂呈现短带状。在叠轧层数达到 16 层时, 在变形组织中发现了大量的剪切带, 剪切带穿入原始晶粒, 与轧制方向呈现近 30° 的夹角。其中新的剪切带通常呈现较大的倾斜角度, 随着叠轧层数的增加剪切带的数量逐渐增加, 同时原始的剪切带

会发生偏转呈现较小的角度, 如图 6d 中箭头所示。

上述结果显示 TC4 钛合金的变形过程是  $\alpha/\beta$  协同变形和剪切变形综合作用的结果。变形初期的  $\beta$  相由等轴状逐渐拉长变形, 然后变为短条状, 同时晶粒和相界面处发生晶界滑移, 起到协调变形的效果。而在变形程度较高情况下, TC4 合金中出现了大量的剪切带。这是因为钛合金具有较少的滑移系, 剪切带的形成是为了适应大塑性变形过程。Terada 等<sup>[12]</sup>研究发现, 在对具有完全  $\alpha$  相的纯钛材料进行大塑性变形过程中, 在较小的变形量下就发现了剪切带的存在, 此时由于软化的  $\beta$  相的缺失使得剪切带的出现适应大塑性变形过程, 这与上述结果相一致。

表 2 显示了累积叠轧 TC4 合金微观组织特征参数的变化。随着叠轧层数的增加, 叠轧板材的总变形量逐渐增加, 在进行叠轧 16 层后, 总变形量达到 93.75%。同时, 变形条带组织的间距逐渐较小, 在经

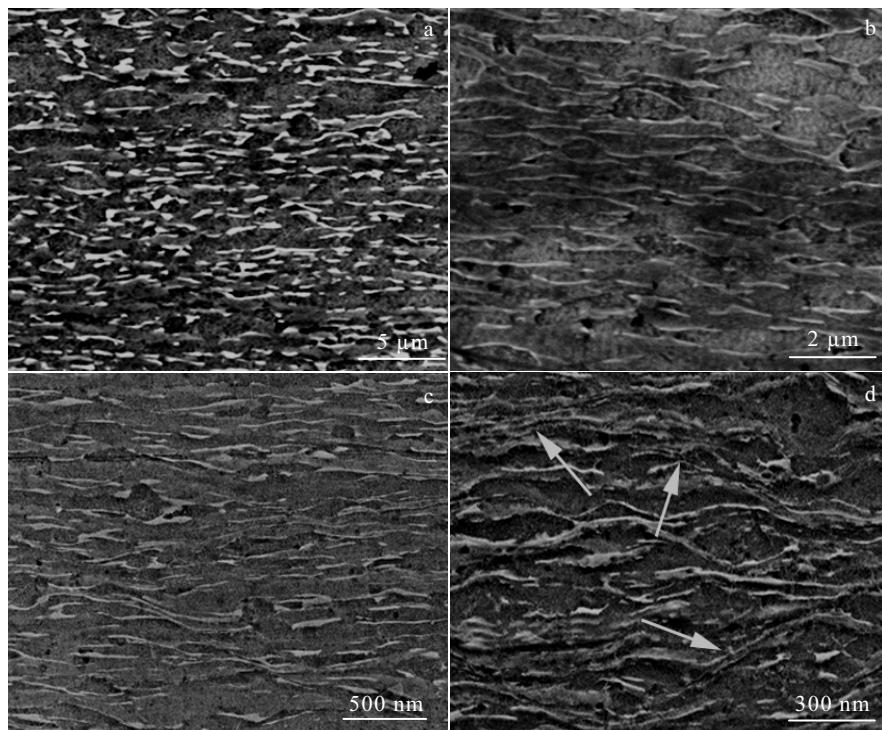


图 6 TC4 合金累积叠轧不同层数的组织演化

Fig.6 Microstructure evolution of the ARB processed TC4 alloy with different layer number: (a) 2 layers, (b) 8 layers, (c) 12 layers, and (d) 16 layers

表 2 累积叠轧 TC4 合金组织特征参数的变化

Table 2 Evolution of the deformation and microstructure characteristics for TC4 alloy during ARB process

Parameter	2 layers	4 layers	8 layers	12 layers	16 layers
Total reduction/%	50	75	87.5	91.77	93.75
Ribbon/strip spacing/nm	—	543	356	293	245

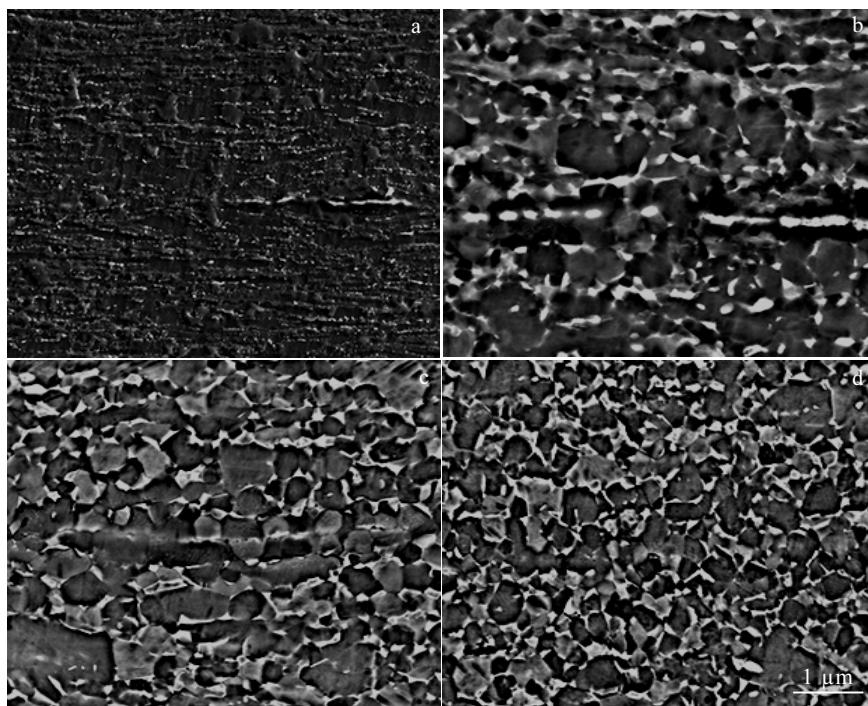


图 7 TC4 钛合金叠轧板材在不同热处理温度下的界面演化

Fig.7 Evolution of bonding interface at different heat-treatment temperatures (60 min) for TC4 alloy: (a)  $T=450\text{ }^{\circ}\text{C}$ , (b)  $T=500\text{ }^{\circ}\text{C}$ , (c)  $T=600\text{ }^{\circ}\text{C}$ , and (d)  $T=650\text{ }^{\circ}\text{C}$

历叠轧 16 层后达到 245 nm 左右, 板材的组织形态也由大量的拉长变形层片和大量的剪切带组成。上述结果显示, 随着叠轧层数的增加, TC4 钛合金获得了较大的变形量, 同时微观组织得到显著细化。

### 2.3 累积叠轧板材热处理后的组织演化

通过累积叠轧-后期热处理可以控制累积叠轧 TC4 合金结合界面和晶粒组织, 并直接决定着最终的力学性能。在不同温度下进行 60 min 的热处理并进行炉冷。图 7 显示了热处理温度对累积叠轧 TC4 钛合金结合界面的影响。

在温度为 450 °C 时, 叠轧界面和变形组织变化不大, 存在长条状的界面形态(图 7a)。随着温度增高到 500 °C, 再结晶晶粒占据界面位置, 破坏了界面的连续性, 促进了界面的融合, 如图 7b 所示。随着温度进一步增高到 600 °C 以上后, 再结晶晶粒长大, 叠轧界面的形态近乎消失, 如图 7c, 7d 所示。上述结果显示, 热处理过程中温度的升高, 促进了叠轧界面处再结晶过程以及溶质扩散过程, 叠轧界面逐渐消失。

ARB 处理 TC4 钛合金板材在后续的热处理过程中可以导致微观组织变化。图 8 显示了 TC4 钛合金累积叠轧板材经过不同温度下保温 60 min 后的微观组织变化。在温度为 450 °C 时, 微观组织为典

型的变形组织, 未见有再结晶晶粒的出现, 如图 8a 所示。随着温度增高至 500 °C 时, 在变形组织中发现有部分再结晶等轴晶粒的出现, 拉长的长条状组织被破坏(图 8b)。当加热温度达到 550 °C 时, 变形组织中存在大量的再结晶晶粒, 如图 8c 所示。当在较高温度时(600~650 °C), 出现了大量的再结晶晶粒, 变形组织消失, 然而由于变形的不均匀性, 仍然存在部分的拉长变形晶粒区域, 未发生充分的再结晶, 如图 8d, 8e 所示。这是由于钛合金导热性差, 压力加工时容易导致局部区域变形量大, 造成组织不均匀。另外, 在剪切带区域通常具有较高的位错密度, 有利于亚晶界以及等轴晶的生成, 热处理过程中该区域率先发生回复再结晶, 具有细化的等轴组织。最终, 在加热温度为 700 °C 时再结晶程度较高, 组织为均匀细小的等轴组织, 再结晶  $\alpha$  相的界面上分布着热变形  $\beta$  晶粒, 晶粒尺寸在 300~600 nm 之间, 如图 8f 所示。累积叠轧过程是在相变温度以下较低的温度引入剧烈塑性变形, 因而促进了在后续低温热处理过程中获得等轴状的细晶组织。总之, 大塑性变形和低温热处理有利于形成具有大量等轴  $\alpha$  相的超细晶组织, 进而有效地提高力学性能。

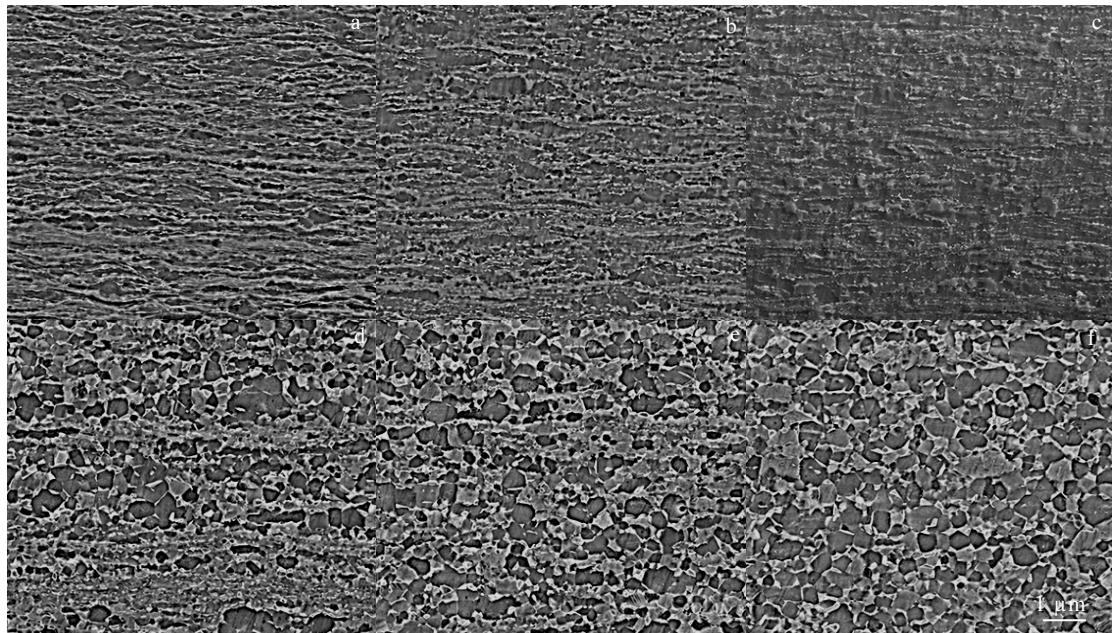


图 8 TC4 合金累积叠轧板材在不同热处理温度下的组织演化

Fig.8 Microstructure evolution of ARB processed TC4 alloy during heat treatment at different temperatures: (a)  $T=450\text{ }^{\circ}\text{C}$ , (b)  $T=500\text{ }^{\circ}\text{C}$ , (c)  $T=550\text{ }^{\circ}\text{C}$ , (d)  $T=600\text{ }^{\circ}\text{C}$ , (e)  $T=650\text{ }^{\circ}\text{C}$ , and (f)  $T=700\text{ }^{\circ}\text{C}$

### 3 结 论

1) TC4 合金的真应力-应变曲线表现为动态再结晶过程, 大塑性变形条件下在较高的温度( $\geq 700\text{ }^{\circ}\text{C}$ )和低的应变速率时, 能够获得良好的晶粒细化效果。

2) TC4 合金在累积叠轧过程中, 需要进行防氧化处理, 同时选择变形温度为  $720\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、轧制速度小于  $0.5\text{ m/s}$  时, 能够减小变形抗力并提高界面结合和板材质量。

3) TC4 合金的累积叠轧变形过程是  $\alpha/\beta$  协同变形和剪切变形综合作用的结果。变形初期为  $\alpha/\beta$  晶粒的协同变形, 而在变形组织中存在大量的剪切带。随着叠轧层数的增加, 变形条带的间距逐渐变小, 在叠轧 16 层后变形量为 93.75% 时层片间距为  $245\text{ nm}$ 。

4) 随着热处理温度的增高, 溶质扩散和再结晶过程促进了界面的结合, 并与基体保持一致。在  $700\text{ }^{\circ}\text{C}/60\text{ min}$  热处理时, 能够获得完全的再结晶等轴组织, 晶粒尺寸为  $300\text{~}600\text{ nm}$ 。累积叠轧引入剧烈塑性变形和低温热处理有利于形成具有大量等轴  $\alpha$  相的超细晶组织。

- [1] Seagle S R, Yu K O, Giangiordano S. *Materials Science and Engineering A*[J], 1999, 263: 237
- [2] Yang Guanjun(杨冠军), Zhao Yongqing(赵永庆), Yu Zhentao(于振涛) et al. *Material Review(材料导报)*[J], 2001, 15(10): 19
- [3] Zeng Shangwu(曾尚武), Jiang Haitao(江海涛), Zhao Aimin(赵爱民). *Rare Metal Materials and Engineering(稀有金属材料与工程)*[J], 2015, 44(11): 2812
- [4] Azushima A, Kopp R, Korhonen A et al. *CIRP Annals-Manufacturing Technology*[J], 2008, 57: 716
- [5] Wang Miao(王苗), Yang Yanqing(杨延清), Luo Xian(罗贤). *Material Review(材料导报)*[J], 2013, 27(7): 94
- [6] Wang Junli(王军丽), Shi Qingnan(史庆南), Wang Xiaoqi(王效琪). *Material Review(材料导报)*[J], 2008, 22(11): 5
- [7] Li Zhiming(李志明), Sun Yanle(孙衍乐), Huang Jiwu(黄继武) et al. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals(中国有色金属学报)*[J], 2013, 23(1): 525
- [8] Zherebtsov S V, Salishchev G A, Galeev R M et al. *Scripta Materialia*[J], 2004, 51: 1147
- [9] Ghafari-Gousheh S, Hossein Nedjad S, Khalil-Allafi J. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*[J], 2015, 51: 147
- [10] Milner H L, Abo-Farha F, Bunget C et al. *Materials*

- Science and Engineering A[J], 2013, 561: 109  
[11] Feng Liang(冯亮), Qu Henglei(曲恒磊), Zhao Yongqing  
(赵永庆). *Journal of Aeronautical Materials*(航空材料学报)[J], 2004, 24(4): 11  
[12] Terada D, Inoue S, Tsuji N. *Journal of Material Science* [J], 2007, 42: 1673  
[13] Terada D, Inoue M, Kitahara H et al. *Materials Transactions*[J], 2008, 49(1): 41

## Ultra-Fine Grains Processing for TC4 Alloy by Accumulative Roll-Bonding

Wang Dian, Li Zhongyang, Peng Wuxian, Chen Yihui, Liu Guohuai, Wang Zhaodong

(State Key Laboratory of Rolling and Automation, Northeastern University, Shenyang 110819, China)

**Abstract:** The ultra-fine grain structure of TC4 alloy was fabricated by accumulative rolling bonding process, during which the hot deformation process and the ARB processing window were studied, and the effect of the ARB parameters and the heat treatment process on the interface bonding and the microstructure was investigated. The results indicate that the stress-strain curve exhibits dynamic recovery characteristics, and the high temperature ( $\geq 700$  °C) and low strain rate ( $\leq 0.1$  s $^{-1}$ ) can promote grain refinement and improve sheet quality. Finally, the excellent interface bonding and sheet quality can be obtained at a temperature of 720 °C and a low rolling rate ( $\leq 0.5$  m/s) after the anti-oxidation treatment of the contact interface. The deformation during the ARB process is composed of the cooperation deformation of  $\alpha/\beta$  grains and the shear deformation, and the elongated band structure and the shear bands are observed in the ARB processed TC4 alloy. The band structure spacing decreases gradually with the increase of the ARB layers, and the band spacing of 245 nm can be obtained through the 16 layers ARB process. With increasing heating temperature during the heat treatment, the solute diffusion and recrystallization process can promote the interfacial bonding and make it ultimately consistent with the matrix structure. Finally the ultra-fine grain size of the 16 layers ARB processed TC4 alloy is 300~600 nm at 700 °C /60 min.

**Key words:** TC4 alloys; accumulative roll-bonding; ultra-fine grain; interfacial bonding

---

Corresponding author: Liu Guohuai, Ph. D., State Key Laboratory of Rolling and Automation, Northeastern University, Shenyang 110819, P. R. China, Tel: 0086-24-83686739, E-mail: liugh@ral.neu.edu.cn