

多道次热压缩对层状 TA2 纯钛组织与性能的影响

刘程祥¹, 周荣锋¹, 刘 昆², 李永坤¹, 文 科¹, 殷新华¹, 张亚真¹

(1. 昆明理工大学 材料科学与工程学院, 云南 昆明 650093)

(2. 云南钛业股份有限公司, 云南 楚雄 651209)

摘要: 使用 Gleeble-1500 热力学模拟测试机, 分别在 860 °C 与 830 °C 下对过冷 β 组织的 TA2 纯钛进行了压缩量为 10%~60%、应变速率为 10 s^{-1} 的五道次热压缩实验。结果表明, 随着压缩量的增加, TA2 纯钛的板条组织变细并破碎变短。当压缩量达到 50% 时, 出现细小的等轴晶粒。对压缩量为 0%~30% 的试样进行拉伸性能测试, 结果显示, 随着压缩量的增加, 材料的强度与塑性协同提升, 抗拉强度由初始的 444 MPa 提升至 566 MPa, 延伸率由初始的 20% 提升至 28%。对压缩试样进行电子背散射衍射 (EBSD) 观察, 可以观察到少量孪晶, 还在极图中发现了棱锥结构。

关键词: TA2 纯钛; 过冷 β 组织; 多道次热压缩; 微观结构; 电子背散射衍射

中图分类号: TG337.6; TG146.23

文献标识码: A

文章编号: 1009-9964(2023)02-008-07

DOI:10.13567/j.cnki.issn1009-9964.2023.02.007

Effect of Multi-pass Thermal Compression on Structure and Properties of Layered TA2 Pure Titanium

Liu Chengxiang¹, Zhou Rongfeng¹, Liu Kun², Li Yongkun¹, Wen Ke¹, Yin Xinhua¹, Zhang Yazhen¹

(1. School of Materials Science and Engineering, Kunming University of Science and Technology, Kunming 650093, China)

(2. Yunnan Titanium Industry Co., Ltd., Chuxiong 651209, China)

Abstract: Gleeble-1500 thermodynamic simulation testing machine was used to perform five thermal compression experiments with a compression amount of 10%~60% and a strain rate of 10 s^{-1} on the subcooled β structure of TA2 pure titanium at 860 °C and 830 °C, respectively. The results show that with the increase of compression, the lath structure become thinner and shorter after crushing. When the compression amount reaches 50%, fine equiaxed grains appear. Tensile properties of specimens with compression of 0% to 30% were tested. The results show that with the increase of compression amount, the strength and plasticity of the specimens increase synergistically, and the tensile strength increases from the initial 444 MPa to 566 MPa, elongation increases from 20% to 28%. EBSD observation of the compressed specimens reveal a small number of twins and a pyramid texture is found in the polar diagram.

Key words: TA2 pure titanium; subcooled β structure; multi-pass thermal compression; microstructure; EBSD

纯钛具有高强度、低密度、高韧性、良好的抗腐蚀性和生物相容性等诸多优点, 被广泛应用于航空航天、船舶、化工和生物医学等领域^[1-2]。纯钛经熔炼后, 为了达到不同的性能, 通常需要采用不同的方法进行加工。纯钛的锻造成形是在 β 相区或接近 β 相区的温度以压缩为主的方式变形, 在此过

程中 β 相组织、结构的演化行为会对材料后续的组织、性能产生至关重要的影响^[3-4]。细小等轴晶粒的材料通常具有最佳的力学性能, 因此研究人员进行了大量晶粒细化工艺研究^[5-6]。Yada 等^[7]于 20 世纪 80 年代首次报道了钢中奥氏体向铁素体的动态转变, 在高于相变温度下变形会出现细粒铁素体。中国和日本的学者后来也报告了类似的观察结果^[8-9]。周荣锋^[10-11]研究了压缩过程中过冷奥氏体向铁素体的转化, 发现通过压缩可以极速促进铁素

收稿日期: 2022-12-21

基金项目: 国家自然科学基金项目(51765026)

通信作者: 周荣锋(1969—), 男, 教授。

体的形成。这种变形诱导相变也发生在钛及钛合金中，与钢恰好相反，钛在低于 β 转变温度下就能发生相变。Koike 等^[12]研究发现，压缩变形使 Ti-5.5Al-1.5Fe 合金的 β 转变温度降低了约 100 °C。Aranas Jr. 等^[13]提出了纯钛动态相变的热力学解释，其中相变的驱动力由相变开始时变形 α 相的临界应力与相变后形成的 β 相的屈服应力之差得出。刘以波^[14]通过高温原位实验追踪了纯钛由 $\beta \rightarrow \alpha$ 的相转变过程，发现 α 相首先在 β 晶界上形核，然后以特定的取向、以板条的形式向晶内延伸。过冷是发生相变的基础，当材料温度达到临界值以下时，钛由原来的 β 体心立方晶格转变成 α 六方晶格。目前对纯钛在过冷条件下的压缩变形研究较少，故采用 Gleeble-1500 热力学模拟测试机对 TA2 纯钛进行不同过冷条件下的压缩实验，观察其组织演变规律与性能变化，以为实际生产提供理论指导。

1 实验

实验材料为采用电子束冷床炉(EB 炉)熔炼得到的大规格 TA2 纯钛扁锭，其化学成分为：Fe 0.019，C 0.018，H 0.002，O 0.100，N 0.008，余量为 Ti。采用差示扫描量热法测得铸锭的 $\alpha \rightarrow \beta$ 相变点为 913 °C。铸锭组织由平行的片层状 α 相组成，其板条厚度为 $50 \pm 25 \mu\text{m}$ ，如图 1a 所示。铸锭经 920 °C/5 min/WC 处理后，在原始组织板条间形成了更细小的板条，如图 1b 所示。

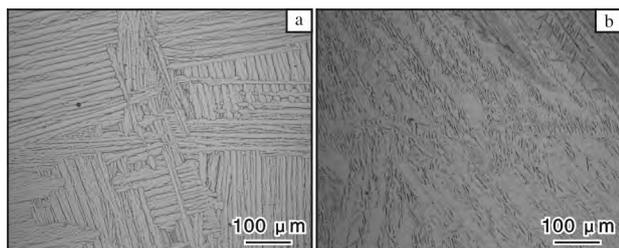


图 1 TA2 纯钛的原始组织及 920 °C 淬火后的显微组织
Fig. 1 Microstructures of TA2 pure titanium: (a) original; (b) quenched at 920 °C

从铸锭上切取 10 mm × 15 mm × 20 mm 的长方体试样。使用 Gleeble-1500 热力学模拟测试机，按图 2 所示工艺对 TA2 纯钛试样进行五道次压缩实验。首先以 5 °C/s 的升温速率将 TA2 纯钛试样温度提升至 920 °C 并保温 5 min，随后以 30 °C/s 的速度分别快速降温至 860 °C 和 830 °C，然后分别进行总变形量为 10%、20%、30%、40%、50% 和 60% 的五道次

压缩变形。每道次压缩总变形量的 1/5，压缩完成后降温 30 °C 继续进行下一道次压缩，压缩速率为 10 s^{-1} 。对压缩完成后的所有试样进行水淬处理，以保持变形后的微观结构。

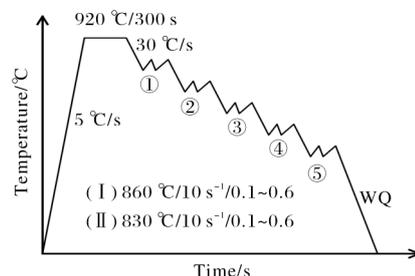


图 2 压缩过程工艺曲线

Fig. 2 Process curve of compression process

对压缩后的试样进行切片(如图 3a 所示)，制备金相和电子背散射衍射(EBSD)试样。试样经打磨及机械抛光后，采用 Kroll 试剂(85% H_2O + 12% HNO_3 + 3% HF)进行腐蚀处理。采用 Nikon ECLIPSE MA200 倒置金相显微镜(OM)对不同变形量样品的 RD-TD 面进行显微组织观察。所有微观结构观察部位均为压缩试样的中心区域(变形程度最高区域)；所有金相试样和 EBSD 扫描试样的观察面均与压缩方向垂直。使用 EDAX Hikari Plus 电子背散射衍射系统进行晶体结构分析。使用 HBE-3000A 布氏硬度计测量试样中心区域硬度，每组试样测量 5 个点，取

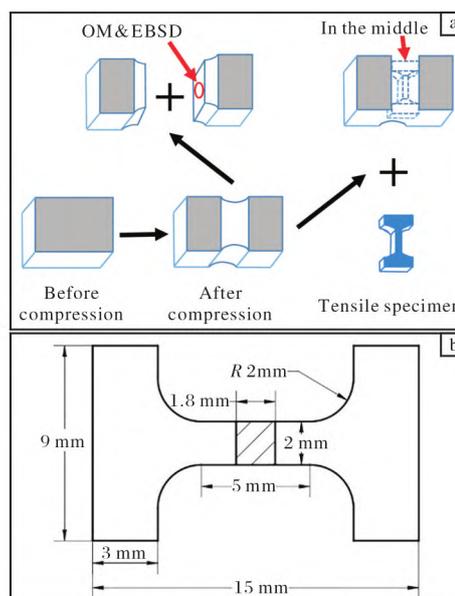


图 3 取样位置及拉伸试样尺寸示意图

Fig. 3 Schematic diagrams of sampling position (a) and tensile specimen size (b)

其平均值作为试验结果。拉伸试样的取样位置及尺寸如图 3b 所示。每一个样品切取 3 组平行拉伸试样,使用 WDW-100 微机控制电子式万能试验机测试拉伸性能,测试结果取其平均值,以确保实验的可靠性。需要注意的是,随着变形量的加大,压缩试样应力分布不均匀,形成了典型的“三个区域”,导致试样的中心区域与两侧变形差异较大,切取试样时应靠近中间部分,以尽量减小误差。当试样变形量为 40% 时,变形量最大的中心区域宽度仅为 1.7 mm,小于拉伸试样的厚度 1.8 mm,此时已无法切取拉伸试样,故而未测试变形量为 40%~60% 压缩试样的拉伸性能。使用 ZEISS EVO-18 扫描电子显微镜(SEM)观察拉伸试样断口形貌。

2 结果与讨论

2.1 压缩过程中的微观组织

图 4 为 TA2 纯钛在初压温度 860 °C 下经不同压缩量变形后的金相照片。初压温度与相变点相差 53 °C,在应力的作用下组织变化较为明显。TA2 纯

钛压缩后的晶粒典型特征为粗大的晶粒内部有很多细长的板条,随着压缩量的增加,TA2 纯钛晶粒大小及板条厚度都相应的减小。当压缩量为 10% 时(图 4a),可以看到显微组织为由方向不同的板条构成的网篮组织,板条厚度为 23.39 μm ,小于初始板条厚度。当压缩量增加至 30% 时(图 4c),板条厚度为 16.76 μm ;压缩量为 40% 时(图 4d),板条厚度为 5.78 μm ,可见板条厚度随着压缩量的增大而减小。当压缩量增加至 50% (图 4e)时,不仅有网篮组织,在图中箭头处还可以看到大量由动态再结晶形成的细小等轴晶粒,这些晶粒依附生长于原来的网篮组织边界,从而形成了板条组织与细小等轴组织同时出现的现象。当压缩量增加至 60% 时(图 4f),等轴组织进一步增多,条状组织变得更长甚至发生中断。可以看出,当压缩量小于或等于 40% 时,增加压缩量使得 TA2 纯钛板条组织变得更细,同时板条破碎,长度变短;当压缩量大于 40% 时,可以形成一些细小的等轴组织,它们依附生长于原来的条状组织边界。

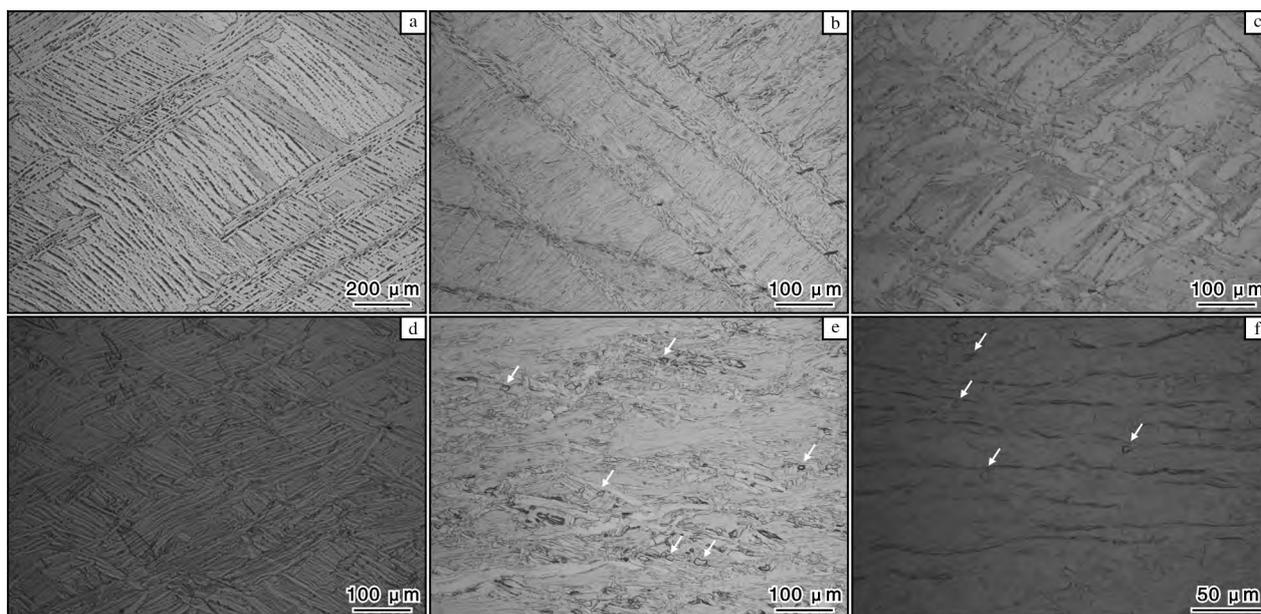


图 4 TA2 纯钛在初压温度 860 °C 下经不同压缩量变形后的金相照片

Fig. 4 Metallographs of TA2 pure titanium after different compression at initial compression temperature of 860 °C :

(a) 10% ; (b) 20% ; (c) 30% ; (d) 40% ; (5) 50% ; (6) 60%

图 5 为 TA2 纯钛在初压温度 830 °C 下经不同压缩量变形后的金相照片。与初压温度为 860 °C 时的情况相似,板条组织随着压缩量的增加而变得细小。不同的是,初压温度为 860 °C 时 TA2 纯钛的板条更为细小,经统计知,当压缩量分别为 10%、20%、

30% 时,板条厚度分别为 19.14、9.74、5.64 μm 。压缩量为 50% (图 5e) 时,同样出现了一些等轴组织,等轴晶粒的出现是由于应力集中从而促进动态再结晶的发生,在下文 EBSD 分析部分可以看到在晶界处及板条间均存在应力集中。等轴晶粒依附在

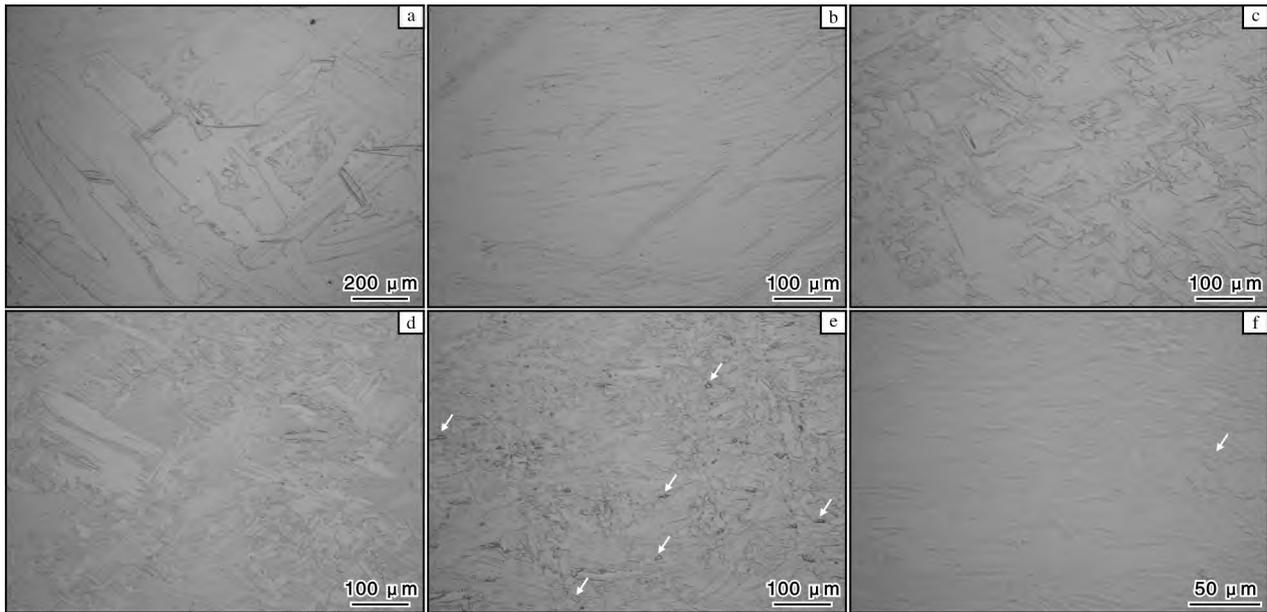


图5 TA2 纯钛在初压温度 830 °C 下经不同压缩量变形后的金相照片

Fig. 5 Metallographs of TA2 pure titanium after different compression at initial compression temperature of 830 °C :
(a) 10% ; (b) 20% ; (c) 30% ; (d) 40% ; (5) 50% ; (6) 60%

板条边缘形核长大，从而形成了板条组织与细小的等轴组织两种组织交替重复排列的现象。增加压缩量的同时会出现更多细小的等轴晶粒。

因此可以得出结论，随着压缩量的增加，TA2 纯钛在不同初压温度下的组织表现出相似的变化规律。网篮组织在压力的作用下逐渐变细、破碎，形成更细更短的板条。当压缩量达到 50% 时，在应力较大的晶界处发生动态再结晶而形成细小的等轴晶粒。

2.2 压缩曲线

图 6 为 TA2 纯钛多道次压缩的真应力-真应变曲线。从图 6 可以看出，在每一道次的压缩下，其真应力都是增加的，这是由于每次压缩后温度降低 30 °C

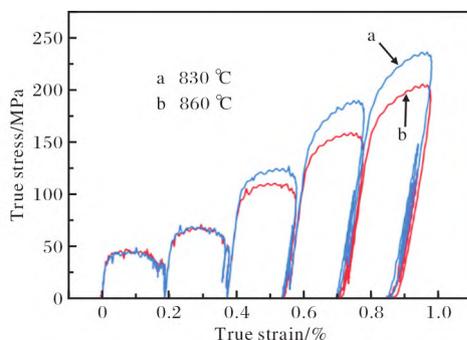


图6 TA2 纯钛多道次压缩的真应力-真应变曲线

Fig. 6 True stress-true strain curves of TA2 pure titanium under multi-pass compression

而造成的。同时从图 6 还可以明显看出，在压缩第 1 和第 2 道次时 2 条曲线是重合的。正常情况下， $\beta \rightarrow \alpha$ 相变会在 820 °C 时发生^[23]，但在压力作用下会提前发生。压力使得大量 $\beta \rightarrow \alpha$ 相变以及压缩过程中的 $\alpha \rightarrow \beta$ 相变的逆转变持续进行，显然前者大于后者，这是由于前两道次的压缩量并不足以使压力达到临界值^[15]。故当进行第 1 和第 2 道次压缩时，都是过冷 β 相的转变过程，相变储能大量释放，在应力的作用下发生相变，相变过程的快速进行使 2 条曲线发生重合。当压缩至第 3 道次时，a 曲线的压缩温度为 770 °C，相变已经完成^[15]，应变过程只是单纯的压缩 α 相的过程，故在应力增加的同时，曲线显示出更高的值。而 b 曲线还有少量的过冷 β 相未发生转变，高温下的 β 相较软，同时较高的温度有利于组织的软化。故在第 3 道次压缩时，b 曲线的真应力较低。在接下来的第 4 和第 5 道次压缩过程中，只是单一 α 相的形变过程，无相变参与，加工硬化使得每次压缩后的真应力都会有所升高。值得注意的是，在 a 曲线压缩至第 4 道次与 b 曲线压缩至第 5 道次时，二者具有相同的走势及相近的峰值。这是因为它们状态相同，压缩温度都为 740 °C，压缩量都为 16%，相组成都是单一 α 相，因此具有相似的压缩曲线。

2.3 力学性能与断口形貌

图 7 是 TA2 纯钛在不同初压温度下经多道次压

缩后的抗拉强度与延伸率曲线。从图 7 可以看出,随着压缩量的增加,860 °C 和 830 °C 下的抗拉强度均持续增加。这是由于原始板条在压力的作用下逐渐变短变细,细小的晶粒尺寸有利于提高其强度。但初压温度为 830 °C 时试样的抗拉强度与延伸率相对较高,其抗拉强度由初始的 444 MPa 提升至 566 MPa,延伸率由初始的 20% 提升至 28%。这是由拉伸试样的组织决定的,在每个压缩量下,初压温度为 830 °C 的试样,其板条厚度都相对较小,更细更短的板条使得材料的抗拉强度及延伸率提升较大。同时,每次道次压缩时,试样的温度都较低,动态软化效应也比较低,从而产生大量的位错累积而导致加工硬化,也导致其强度较高。相比于强度,

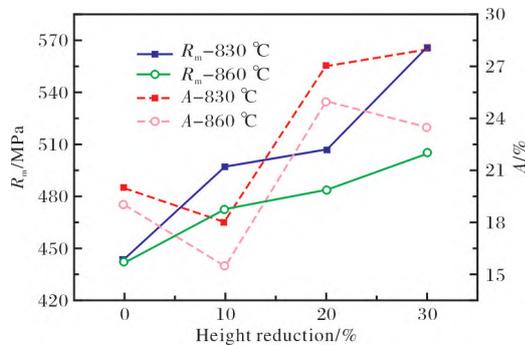


图 7 TA2 纯钛经多道次压缩后的抗拉强度与延伸率曲线
Fig. 7 Tensile strength and elongation curves of TA2 pure titanium after multi-pass compression

材料的硬度变化不明显,当初压温度为 830 °C、压缩量为 10% 时,硬度为 1.81 GPa,当压缩量增加至 60% 时,硬度变为 1.92 GPa,仅相差 0.11 GPa。初压温度为 860 °C、压缩量为 10% 时,硬度为 1.85 GPa,当压缩量增加至 60% 时,硬度变为 1.95 GPa,仅相差 0.1 GPa。故而可以得出结论,随着压缩量的增加,TA2 纯钛粗大的板条变细或者分解为更短的板条,细小且均匀的组织使得强度及塑性协同提升,从而达到最佳的力学性能。

图 8 为不同条件下压缩后 TA2 纯钛拉伸试样的断口形貌。初压温度为 860 °C 和初压温度为 830 °C 压缩试样的拉伸性能具有相同的变化规律,都是随着压缩量的增加,断口形貌出现相似的变化。当变形量为 10% 时,出现大量的撕裂棱,且长度很长,但韧窝很少;当压缩量为 20% 时,韧窝数目增多,撕裂棱数目变少;当压缩量增加至 30% 时,韧窝数量快速增加,撕裂棱数量与长度都减少。这与之前的金相组织相对应,当板条较宽较长时,形成了撕裂棱,当板条较细较短时,形成了大量的韧窝。

2.4 EBSD 分析

由金相组织可以看出,当初压温度为 860 °C、变形量为 40% 时晶粒较为细小,且动态再结晶的影响较小,故选择该试样进行 EBSD 测试。图 9 为初压温度 860 °C、压缩量 40% 的 TA2 纯钛试样的 EBSD 图谱。图 9a 取向成像图中标注了大部分的晶

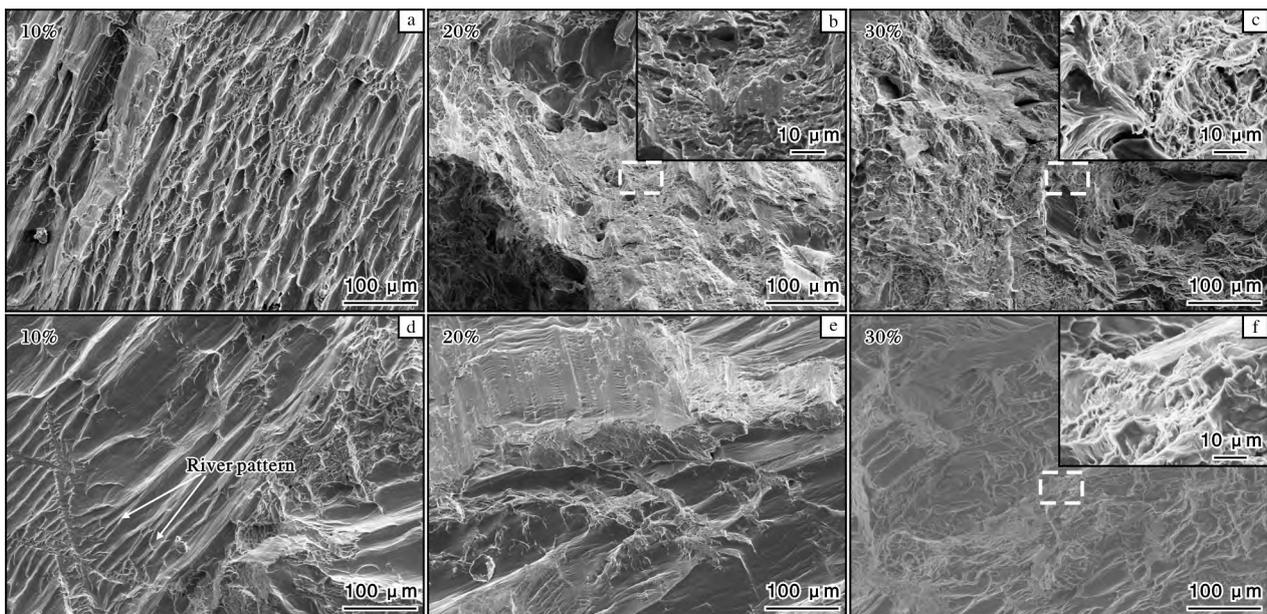


图 8 不同条件压缩后 TA2 纯钛拉伸试样的断口形貌

Fig. 8 Fracture morphologies of TA2 pure titanium tensile specimens under different compression conditions: (a ~ c) initial compression temperature of 860 °C; (d ~ f) initial compression temperature of 830 °C

体信息。黑色箭头处标明了孪晶的取向信息，可以看到中间的孪晶分别与两边相邻晶粒呈镜面对称关系。图 9b 晶界分布图中红色表示 $2^\circ\sim 5^\circ$ 的晶界，绿色表示 $5^\circ\sim 15^\circ$ 的晶界，蓝色表示 $\geq 15^\circ$ 的晶界。可以看出，大角度晶界形成的晶粒中含有许多细小的板条，板条之间同样存在不同的取向，都是 15° 以下的小角度晶界。同时还可以观察到由大角度晶界形

成的孪晶，它们出现在晶粒内部并且贯穿板条。图 9c 局部取向差分布可以清楚地看到应力分布状态，应力集中主要分布在晶界处，在晶粒内的板条间也有少量的应力集中。这导致了动态再结晶优先在晶界处形核，其次才是板条之间。图 9d 极图中可以清楚地看到压缩后的棱锥织构，即 $\{0001\}$ 基面的最大极密度点从 ND 向 TD 偏离 $30^\circ\sim 40^\circ$ [16]。

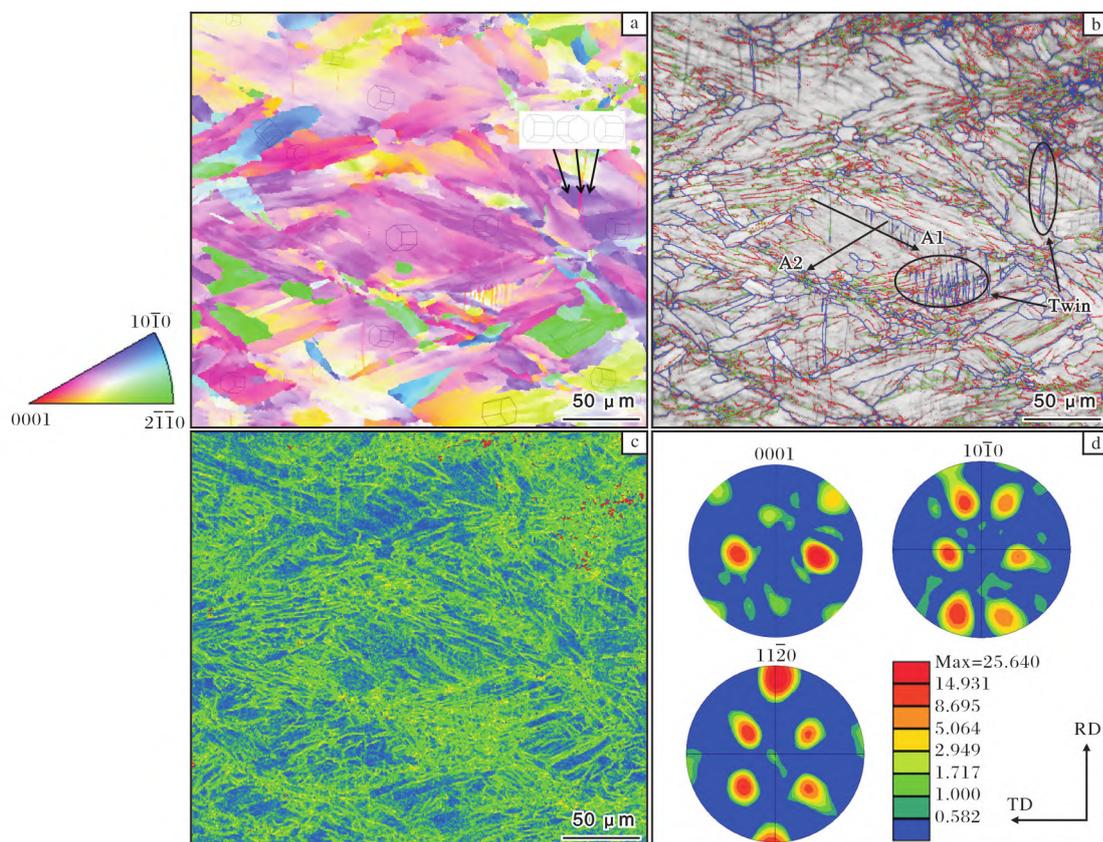


图 9 初压温度 860°C 、压缩量 40% 的 TA2 纯钛试样的 EBSD 图谱

Fig. 9 EBSD patterns of TA2 pure titanium specimen at initial compression temperature of 860°C and compression amount of 40% : (a) orientation imaging map; (b) grain boundary distribution map; (c) local orientation difference distribution; (d) polar map

为了定量研究压缩变形过程中晶粒内晶体取向的演变，沿图 9b 中线段测量取向差，结果如图 10 所示。其中，图 10a 为沿着板条方向 (A1 线段)，图 10b 为与板条成一定的角度 (A2 线段)。图 10 中黑色实线为相邻两点间的取向差，红色实线为相对于起始点的累积取向差。图 10a 中的 3 个强峰是由于孪晶造成的，它们相邻点之间的取向差超过了 80° ，在经过大约 $3\sim 5\ \mu\text{m}$ 后，又重新变回了原来的位置，这是孪晶的典型特征 [17]。图 10a、10b 中，相邻两点间的取向差大部分低于 2° ，并且相对于起始点的累积取向差几乎不超过 9° 。在图 10a 中，累积取向差先升高到一定值后，然后保持不变，前期的突变

是由于过渡到不同板条的原因，后期保持稳定说明沿板条方向取向保持恒定。而图 10b 是穿过了晶粒内的多个板条，相对于起始点的取向差逐渐增大，说明此时晶粒内的板条沿固定的轴发生旋转。

3 结 论

(1) 片层状组织的 TA2 纯钛在增加压缩量的变形过程中，组织变化是不均匀的，先形成的是网篮组织，随着压缩量的增大，板条逐渐变细。当压缩量为 50% 时出现动态再结晶，在晶界处形成细小的等轴晶粒。

(2) TA2 纯钛在不同温度下进行第 1 和第 2 道次

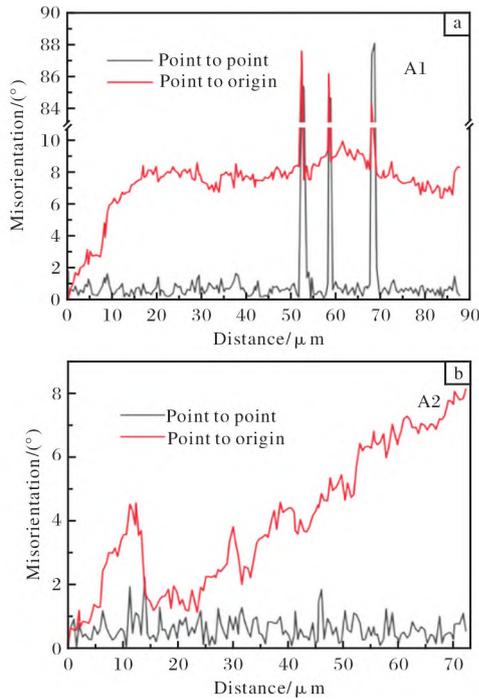


图 10 沿图 9b 中 A1、A2 线段测量得到的取向差分布图

Fig. 10 Misorientation distribution measured along A1 and A2 lines in figure 9b

压缩时,属于过冷 β 组织的压缩行为,压缩过程使得相变储能释放,从而表现为真应力-真应变曲线重合。第4和第5道次的压缩不涉及相变过程,形变只与温度有关。

(3) 随着压缩量的增加,板条变细或者分解为更短的板条,使得组织变得更加细小,细小且均匀的组织使得强度、硬度及塑性协同提升,从而达到最佳的力学性能。

(4) 由极图可以看出,TA2 纯钛晶粒有明显的棱锥织构,即 $\{0001\}$ 基面的最大极密度点从 ND 向 TD 偏离 $30^\circ\sim 40^\circ$,同时还可以观察到少量孪晶。

参考文献 References

- [1] Banerjee D, Williams J C. Perspectives on titanium science and technology[J]. Acta Materialia, 2013, 61(3): 844-879.
- [2] Leyens C, Peters M. Titanium and Titanium Alloys[M]. New York: John Wiley & Sons Inc, 2004: 399.
- [3] Gao P F, Zhan M, Fan X G, et al. Hot deformation behavior and microstructure evolution of TA15 titanium alloy with non-uniform microstructure[J]. Materials Science & Engineering A, 2017, 689: 243-251.
- [4] 郭庆,余伟,韩盈,等. 压下率对冷轧及退火纯钛板材织构的影响[J]. 钛工业进展, 2022, 39(4): 6-11.
- [5] Fan X G, Zheng H J, Zhang Y, et al. Acceleration of globularization during interrupted compression of a two-phase titanium alloy [J]. Materials Science & Engineering A, 2018, 720: 214-224.
- [6] Zhao Z P, Zhu G M, Kang Y L, et al. Analysis of the formation of sub-grain boundaries in commercially pure titanium compressed at elevated temperature[J]. Materials Science & Engineering A, 2020, 771: 138680.
- [7] Yada H, Li C M, Yamagata H. Dynamic γ -N α transformation during hot deformation in iron-nickel-carbon alloys [J]. ISIJ International, 2000, 40(2): 200-206.
- [8] Liu Z X, Li D Z, Lu S P, et al. Thermal stability of high temperature deformation induced ferrite in a low carbon steel [J]. ISIJ International, 2007, 47(2): 289-293.
- [9] Park N, Shibata A, Terada D, et al. Flow stress analysis for determining the critical condition of dynamic ferrite transformation in 6Ni-0.1C steel [J]. Acta Materialia, 2013, 61(1): 163-173.
- [10] 周荣锋,杨王玥,孙祖庆,等. 不同形变速率条件下低碳钢过冷奥氏体形变过程铁素体超细化[J]. 北京科技大学学报, 2004, 26(5): 512-518.
- [11] 周荣锋,杨王玥,孙祖庆. 碳锰含量对低碳(锰)钢过冷奥氏体形变过程转变动力学的影响[J]. 金属学报, 2004, 40(10): 1055-1063.
- [12] Koike J, Shimoyama Y, Ohnuma I, et al. Stress-induced phase transformation during superplastic deformation in two-phase Ti-Al-Fe alloy [J]. Acta Materialia, 2000, 48(9): 2059-2069.
- [13] Aranas Jr C, Anes F, Baoqi G, et al. Determination of the critical stress for the initiation of dynamic transformation in commercially pure titanium [J]. Scripta Materialia, 2017, 133: 83-85.
- [14] 刘以波. TA2 工业纯钛高温组织演变研究[D]. 上海: 上海交通大学, 2010.
- [15] Foul A, Aranas Jr C, Guo B, et al. Dynamic transformation of $\alpha \rightarrow \beta$ titanium at temperatures below the β -transus in commercially pure titanium [J]. Materials Science & Engineering A, 2018, 722: 156-159.
- [16] 刘定凯. 工业纯钛板材的成形性能及各向异性研究 [D]. 重庆: 重庆大学, 2016.
- [17] Wu M X, Wang S B, Xiao F, et al. Dislocation glide and mechanical twinning in a ductile VNbTi medium entropy alloy [J]. Journal of Materials Science & Technology, 2022, 110: 210-215.