

准静态压缩纯钛的微观结构和织构演变

许 峰^{1,2}, 张喜燕², 程佑铭²

(1. 江苏省(沙钢)钢铁研究院, 张家港 215625;

2. 重庆大学 材料科学与工程学院, 重庆 400044)

摘 要: 对纯钛圆柱样品进行准静态压缩试验, 研究纯钛在准静态条件下的微观结构和织构演变及其变形机制。结果发现: 准静态压缩纯钛中均形成了 $\{10\bar{1}2\}$ 、 $\{11\bar{2}1\}$ 和 $\{11\bar{2}2\}$ 3 种类型形变孪晶, 微观结构演变经历了形变孪晶细化晶粒、孪晶达到饱和和晶粒破碎细化阶段。织构演变也经历了初始双峰织构转变为圆环状分布、圆环状分布转变为基面织构和基面织构增强 3 个阶段。微观结构和织构演变分析表明, 准静态压缩纯钛的变形机制是: 低应变阶段($\epsilon \leq 0.3$)以形变孪生为主, 孪生饱和后($\epsilon > 0.3$)转变为以位错滑移为主, 其孪生饱和和临界应变为 0.3。

关键词: 纯钛; 准静态压缩; 微观结构; 织构

中图分类号: TG146.2

文献标志码: A

Microstructure and texture evolution of pure titanium subjected to quasi-static compression

XU Feng^{1,2}, ZHANG Xi-yan², CHENG You-ming²

(1. Institute of Iron and Steel, Jiangsu Province Sha-steel Co., Ltd., Zhangjiagang 215625, China;

2. School of Materials Science and Engineering, Chongqing University, Chongqing 400044, China)

Abstract: The cylindrical pure Ti specimens were subjected to quasi-static compression (QSC). The microstructure and texture evolution and its deformation mechanism of QSC pure Ti were investigated. The results show that there are three types of deformation twins ($\{10\bar{1}2\}$, $\{11\bar{2}1\}$ and $\{11\bar{2}2\}$ twinning) in all samples. The microstructure evolution can be divided into some stages, including deformation twin refining grains, twins reaching saturation and grain refining. The texture evolution also experiences the following stages: the initial bimodal texture transforms to ring-like distribution at lower strain levels, and then the ring-like distribution transforms to basal texture and gradually increases at higher strains. According to the analysis of microstructure and texture evolution, it is shown that deformation twinning is dominant at lower strain levels ($\epsilon \leq 0.3$), however, dislocation slip plays a major role when strain exceeds 0.3. The critical strain of deformation twinning reaching saturation in QSC pure Ti is 0.3.

Key words: pure titanium; quasi-static compression; microstructure; texture

纯钛及钛合金具有众多优良性能(比强度高、耐腐蚀性好、耐低温等), 在航空、船舶、海洋工程等领域内的应用日益广泛和深入, 因此, 对纯钛形变孪生和变形机制的研究也越来越受到重视^[1-3]。纯钛是典型的密排六方结构金属, 只有 4 个独立滑移系, 且均为 a 型滑移, 滑移方向为 $(11\bar{2}0)$, 无法提供 c 轴方向的变

形, 需要靠形变孪生来协调金属连续变形^[4-6]。纯钛在冷轧和动态塑性变形(DPD)条件下的变形机制已有相关研究^[7-12]。CHUN 等^[7]对冷轧工业纯钛($\dot{\epsilon} \approx 0.8 \text{ s}^{-1}$)的微观结构和织构演变进行了研究, 冷轧条件下纯钛在低、中应变阶段以形变孪生为主, 位错滑移为辅, 高应变阶段转变为位错滑移主导变形^[7]。相关纯钛动

基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51071183, 50890170, 51271208)

收稿日期: 2013-12-10; 修订日期: 2014-07-15

通信作者: 许 峰, 工程师, 博士; 电话: 0512-58953906; E-mail: xufeng388@163.com

态塑性变形($\dot{\epsilon} \approx 5 \times 10^2 \text{ s}^{-1}$)的微观结构和织构演变研究表明:在低应变阶段滑移和孪生机制共同作用,以形变孪生为主,在中、高应变阶段形变孪生受到抑制,转变为以滑移为主,变形机制转变的临界应变为0.2^[8]。而纯钛在准静态压缩条件下的微观结构和织构演变、变形机制和临界转变应变值尚不完全清楚。分析准静态压缩纯钛的微观结构和织构演变,对纯钛及密排六方结构金属的变形机制研究以及不同应变速率下变形机制研究具有一定的理论价值和工程意义。本文作者采用准静态方法,对圆柱型纯钛试样进行单轴压缩试验,通过微观结构和织构演变分析研究纯钛在准静态塑性变形条件下的变形机制以及临界转变应变。

1 实验

实验材料采用纯度为99.995%的冷轧退火态纯钛,样品加工成直径为8 mm、高度为6~9.5 mm的圆柱压缩试样。纯钛的准静态压缩试验在SANS CMT-5106电子万能试验机上进行,应变速率为 $3.5 \times 10^{-3} \sim 4.4 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$;动态塑性变形对比实验在Instron Dynatup 8120落锤冲击试验机上进行,应变速率为 $4.1 \times 10^2 \sim 6.5 \times 10^2 \text{ s}^{-1}$ 。应变设定为0.05~0.8。其中,0.8为材料准静态压缩所能达到的最大应变。

变形后试样沿横截面进行XRD织构分析;沿纵轴方向线切割剖开,经机械抛光、电解抛光和腐蚀(Kroll试剂,10 s)后进行光学金相(OM)观察,并在FEI Nova 400场发射扫描电子显微镜上使用EBSD系统进行微观结构表征。

2 结果与讨论

2.1 微观结构演变

在整个变形过程中,不同应变试样均产生了3种形变孪晶,分别是: $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}3\}$ 压缩孪晶、 $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}1\}$ 和 $\{11\bar{2}1\}\{11\bar{2}6\}$ 拉伸孪晶,如表1所列。

表1 纯钛QSC样品中出现的3种类型孪晶

Table 1 Three types of deformation twins in QSC pure Ti

Twinning	Misorientation axis	Misorientation angle/(°)	Legend
$\{10\bar{1}2\}$	$\langle 11\bar{2}0 \rangle$	85°	Red
$\{11\bar{2}1\}$	$\langle 1\bar{1}00 \rangle$	35°	Green
$\{11\bar{2}2\}$	$\langle 1\bar{1}00 \rangle$	64°	Blue

如图1(a)和(b)所示,应变为0.05和0.1时,只有部分特殊取向的初始晶粒中产生孪晶。其中,主要是红色线标识的 $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}1\}$ 拉伸孪晶和蓝色线标识的 $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}3\}$ 压缩孪晶;另外,有极少量绿色线标识的 $\{11\bar{2}1\}\{11\bar{2}6\}$ 拉伸孪晶,基体组织则几乎保持等轴晶状态。随着应变的增加,产生孪生形核的初始晶粒逐渐增多,孪晶变形成为主要的变形机制。未发生孪生的初始晶粒则受到滑移的协调变形作用,沿着水平方向被拉长,但是晶粒尺寸仍然较为粗大,如图1(c)和(d)所示。原始晶粒尺寸为10 μm ,经过孪晶细化后,孪晶片层结构的晶粒尺寸为0.7~2 μm ,略大于DPD样品中孪晶片层的晶粒尺寸(0.5~2 μm)^[8]。由图1中不同颜色标识的孪晶界可以看出,孪晶含量随着应变的增加而增加。当应变达到0.3时,可以观察到明显细化的孪晶片层组织,孪晶数量增加不明显,可以认为孪生达到饱和;应变为0.4时的QSC样品中位错缠结增多,表明位错滑移机制开始占据主导地位。

与纯钛DPD变形的分析结果对比后发现:孪晶类型的发生与应变无关,而只与材料本身、温度以及应变速率有关。室温DPD条件下变形除了存在 $\{10\bar{1}2\}$ 、 $\{11\bar{2}1\}$ 和 $\{11\bar{2}2\}$ 这3种形变孪晶外,同时还发现有 $\{11\bar{2}4\}$ 压缩孪晶^[13]。然而,室温QSC条件下变形只有 $\{10\bar{1}2\}$ 、 $\{11\bar{2}1\}$ 和 $\{11\bar{2}2\}$ 3种形变孪晶。在微观结构组织中也未出现二次孪生和三次孪生的现象,这一结果与DPD实验结果相同^[8]。

利用Channel 5软件对EBSD数据进行处理,可以获得不同应变下小角晶界(LABs, $\leq 15^\circ$)和3种类型孪晶的晶界长度百分比,如表2所列。初始材料为退火态等轴粗晶,没有形变孪晶和退火孪晶,LABs的晶界长度百分比为5.06%。LABs含量随着应变的增加而增加。由表2可知, $\{11\bar{2}1\}\{11\bar{2}6\}$ 拉伸孪晶含量极低, $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}1\}$ 拉伸孪晶和 $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}3\}$ 压缩孪晶含量要明显高于 $\{11\bar{2}1\}$ 孪晶含量。随着应变的增加, $\{11\bar{2}2\}$ 压缩孪晶和 $\{10\bar{1}2\}$ 拉伸孪晶的含量先增加后降低。形变孪晶的总含量在较高应变时(>0.3)显著降低,这是形变孪晶达到饱和后,小角晶界的数量持续增加以及孪晶界面在较高应变下被扭转破坏两方面共同作用所致。

高应变下($\epsilon=0.5\sim0.8$),形变孪晶被压缩破碎、细化,平均晶粒尺寸进一步降低,如图2所示。形变孪晶达到饱和后,受交割、压缩变形作用破碎旋转再结晶成为尺寸更小的细晶粒,微观结构组织中也出现少数拉长变形的粗晶粒。在高应变下,晶格畸变严重,导致EBSD标定困难,标定率不足40%,不具有统计意义。

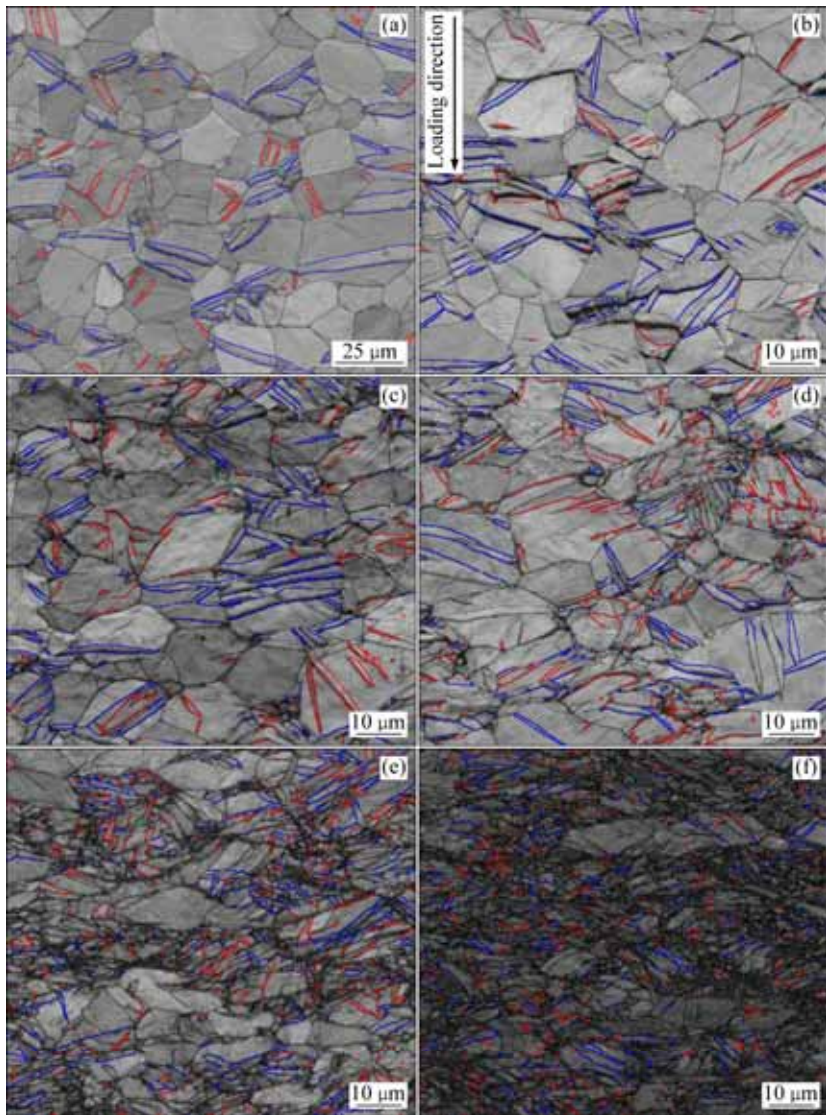


图 1 不同应变条件下纯钛 QSC 晶界和孪晶界的 EBSD 图

Fig. 1 EBSD maps for boundary and twinning boundary of QSC pure Ti at different strains: (a) $\varepsilon=0.05$; (b) $\varepsilon=0.1$; (c) $\varepsilon=0.15$; (d) $\varepsilon=0.2$; (e) $\varepsilon=0.3$; (f) $\varepsilon=0.4$

表 2 QSC 小角晶界和 3 种类型孪晶的晶界长度百分比

Table 2 Boundary length frequencies of LABs and three types of twins in QSC

Strain	Boundary length frequency/%				
	LABs	$\{10\bar{1}2\}$	$\{11\bar{2}1\}$	$\{11\bar{2}2\}$	Total twin
		twins	twins	twins	
0	5.06	—	—	—	—
0.05	21.9	2.96	0.05	6.90	9.91
0.1	24.7	4.15	0.06	8.05	12.26
0.15	41.6	3.84	0.03	6.58	10.45
0.2	43.9	4.22	0.05	4.95	9.22
0.3	50.2	3.33	0.04	3.27	6.64
0.4	51.3	2.18	0.06	2.12	4.36

2.2 组织演变

准静态压缩变形过程中的组织演变主要通过 XRD 技术获得的(0002)极图体现。如图 3 所示,应变为 0.1 的 QSC 样品仍为双峰织构,其强度最大值为 2.16,比初始材料有所降低,双峰织构呈减弱趋势。随着应变的增加,双峰弱化明显,同时周边高角度区域强度开始增加。当应变达到 0.3 时,初始的双峰织构转变为近似圆环状分布,圆环分布范围处于围绕极点(加载方向 LD) $20^{\circ}\sim40^{\circ}$ 位置,即(0002)极图中 c 轴呈圆环状分布的丝织构。这一结果与 DPD 织构在低应变阶段的演变过程相似,只是形成圆环状分布的临界应变值不同(DPD 形成圆环状分布的应变为 0.2)^[8]。随着应变的增大,圆环状分布逐渐向中心极点集中,转变

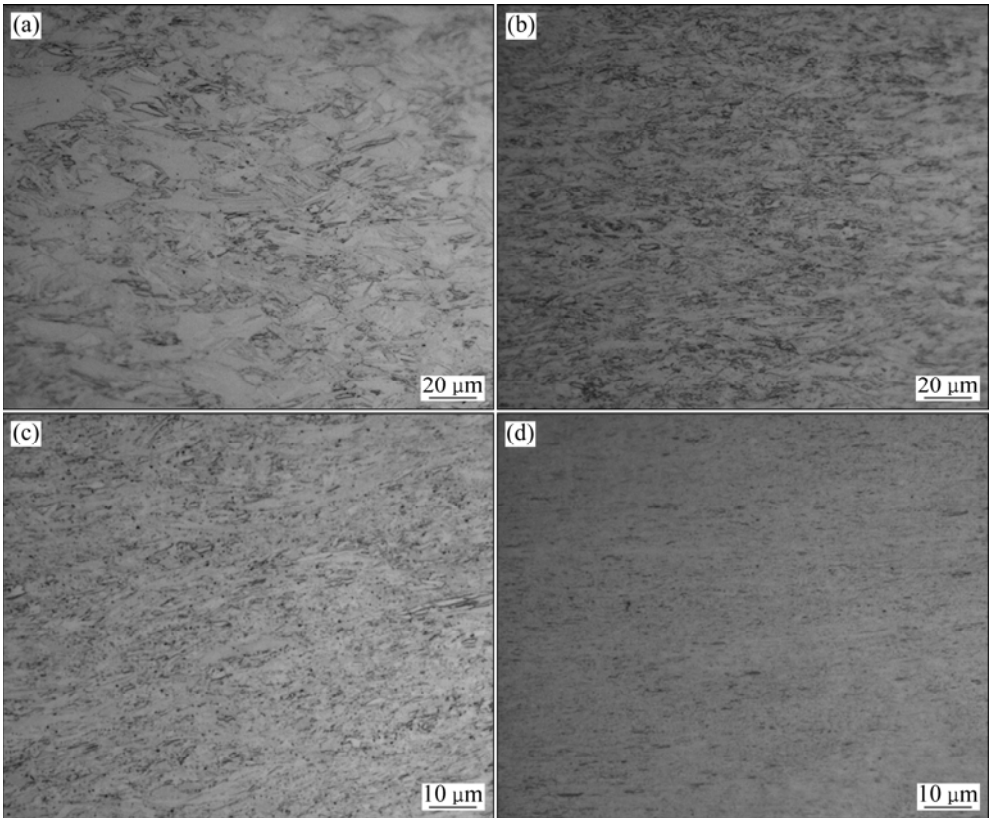


图 2 高应变条件下 QSC 纯钛的微观形貌

Fig. 2 Microstructures of QSC pure Ti at higher strain levels: (a) $\varepsilon=0.5$; (b) $\varepsilon=0.6$; (c) $\varepsilon=0.7$; (d) $\varepsilon=0.8$

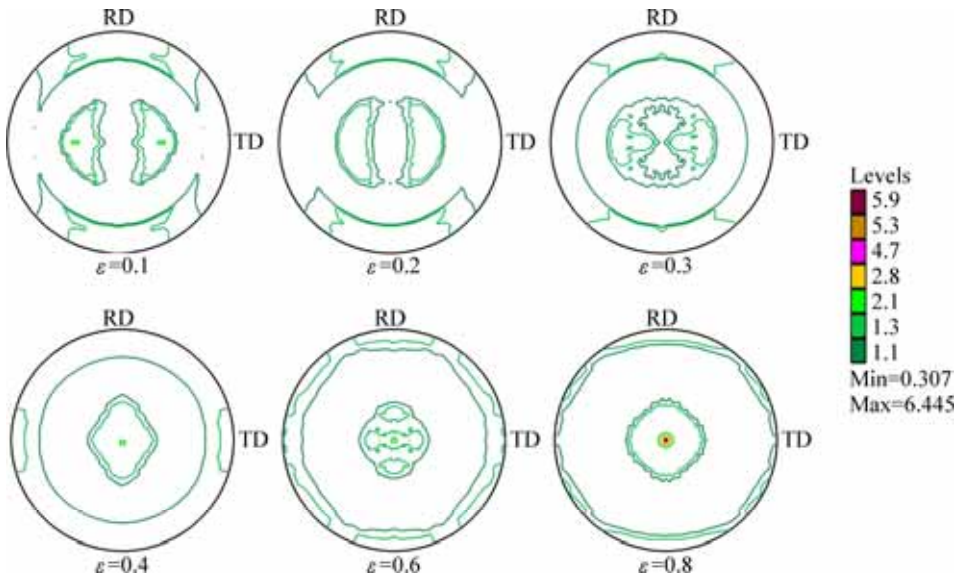


图 3 QSC 变形纯钛的(0002)极图

Fig. 3 (0002) pole figures for QSC pure Ti

成基面织构。随着应变的进一步增加，基面织构也逐渐增强。当应变达到最大值 0.8 时，其极密度最大值也增至 6.445。在整个织构演变过程中，极密度最大值始终位于(0002)极图。

如图 4 所示，极密度最大值 $f(g)_{\max}$ 随应变变化曲线反映极密度最大值波动的变化趋势，可以将整个 QSC 塑性形变过程划分为以下两个阶段：1) 下降阶段(应变范围为 0~0.3)；2) 上升阶段(应变范围为

0.3~0.8)。

从图 4 中可以看出, 极密度最大值 $f(g)_{\max}$, 其变化趋势与 QSC 纯 Ti 的微观结构组织演变过程相对应: 在最初的下降阶段中, 应变产生的少量形变孪晶弱化了最初的双峰轧制组织; 随着应变的增加, 尤其是应变达到 0.3 时, 形变孪晶对组织的影响作用达到最强, 形成了圆环状组分分布, 此时孪晶含量达到最高, 孪生作用对组织的影响使得此时的极密度最大值最低; 在第二阶段, 微观结构组织细化, 平均晶粒尺寸减小, 孪生变形机制受到抑制, 位错滑移机制开始占据主导地位, 随着应变的增加, 位错滑移形成基面组织, 其强度逐渐增加。

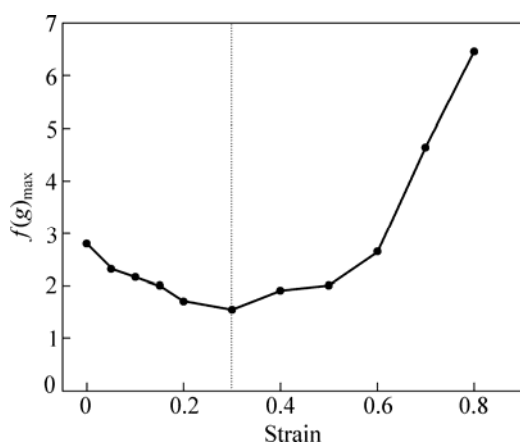


图 4 QSC 纯钛极密度最大值 $f(g)_{\max}$ 与应变的关系

Fig. 4 Relationship between $f(g)_{\max}$ and strain in QSC pure Ti

2.3 变形机制

通过分析取向差角度分布图(见图 5)可知, 在取向差角度为 64° 和 85° 的附近存在非常明显的高峰。在 $\varepsilon=0.05\sim 0.15$ 的低应变阶段, $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}3\}$ 压缩孪晶含量最高, 其峰高明显高于其他形变孪晶和普通大角晶界的峰高, 表明 64° 和 85° (即 EBSD 标定的 $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}3\}$ 压缩孪晶和 $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}1\}$ 拉伸孪晶)这两种孪晶为主要的孪晶类型。而在应变增加的过程中, $\{10\bar{1}2\}$ 与 $\{11\bar{2}2\}$ 孪晶的含量逐渐接近, 表现为 64° 附近的峰高与 85° 附近的峰高逐渐接近, 两者的高度比值从最初的 2.3 逐步下降到接近 1 左右。这种变化趋势说明 $\{11\bar{2}2\}$ 和 $\{10\bar{1}2\}$ 这两种孪生模式发生的难易程度是不一样的, 两者的孪生切变分别为 0.225 和 0.167^[14]。而由于 $\{11\bar{2}1\}$ 孪晶($37^\circ\langle 10\bar{1}0\rangle$)含量很低, 因此, 在 37° 时峰值不明显。此外, 在 41° 也未发现明显峰值, 这与 DPD 条件下所得结论一致, 即未发现二次孪生和多次孪生现象^[15]。随着应变的增加, $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}3\}$ 压缩孪晶和 $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}1\}$ 拉伸孪晶的

含量呈减少趋势。这是因为为了协调变形, 一方面早先形成的孪晶及其基体中的滑移系被激活, 导致标准的孪晶与基体取向差关系被破坏, 部分原先的孪晶界扭转、倾斜转变成普通大角晶界; 另一方面, 位错滑移机制的激活使小角晶界的数量增长迅速, 其含量从 21.9% ($\varepsilon=0.05$) 逐步增加到 51.3% ($\varepsilon=0.4$), 最终导致孪晶的相对含量降低。

在整个纯 Ti 准静态压缩(QSC)变形过程中, 同样存在 3 种典型的组织类型: 初始双峰轧制组织(未变形)、圆环状组分分布($\varepsilon=0.3$)和基面组织。通过这种组织分界线, 将整个组织演变过程根据应变划分为以下 3 个阶段: 1) 初始双峰轧制组织演化为圆环状分布($0.05\leq\varepsilon\leq 0.3$); 2) 圆环状分布演化为基面组织($0.3<\varepsilon\leq 0.4$); 3) 基面组织强化($0.4<\varepsilon\leq 0.8$)。

通过微观结构和组织演变分析, 可以判断孪晶达到饱和的临界点约为 $\varepsilon=0.3$ 。组织演变过程中圆环状组分的形成原因与 DPD 纯钛的相同, 均是 $\{10\bar{1}2\}$ 和 $\{11\bar{2}2\}$ 形变孪生共同作用的结果^[8]。较高应变下, 圆环状分布逐渐转变成基面组织, 并随应变的增加而增强。

纯钛准静态压缩变形的变形机制如图 6 所示。在低应变($\varepsilon\leq 0.3$)下, 滑移系开动所需的临界剪切应力(CRSS)比较大^[2, 16], 孪生变形机制占据主导地位, 位错滑移机制起辅助作用。在此阶段, 两种孪生类型形成难易程度不同导致 $\{10\bar{1}2\}$ 孪晶的含量增加, $\{11\bar{2}2\}$ 孪晶的含量降低。进入中、高应变阶段后, 孪晶达到饱和, 孪生变形机制被完全抑制, 位错滑移重新占据主导地位, 此时 $\{10\bar{1}2\}$ 和 $\{11\bar{2}2\}$ 孪晶的含量维持不变。

3 结论

1) 纯钛准静态压缩变形过程中共发现有 $\{10\bar{1}2\}$ 、 $\{11\bar{2}1\}$ 和 $\{11\bar{2}2\}$ 3 种类型形变孪晶存在。其微观结构演变经历了形变孪晶细化初始晶粒、孪晶随应变增加逐渐达到饱和和晶粒破碎细化 3 个阶段。

2) 纯钛准静态压缩的组织演变可以分为 3 个阶段: 初始双峰组织转变为近圆环状分布($\varepsilon=0.05\sim 0.3$)、圆环状分布转变为基面组织($\varepsilon=0.3\sim 0.4$)和基面组织增强($\varepsilon>0.4$)。

3) 微观结构和组织分析结果表明: QSC 纯钛中孪晶达到饱和时的临界应变为 0.3。准静态压缩变形的变形机制如下: 在低应变阶段以孪生变形为主($\varepsilon\leq 0.3$), 孪晶饱和后转变为以位错滑移为主($\varepsilon>0.3$)。

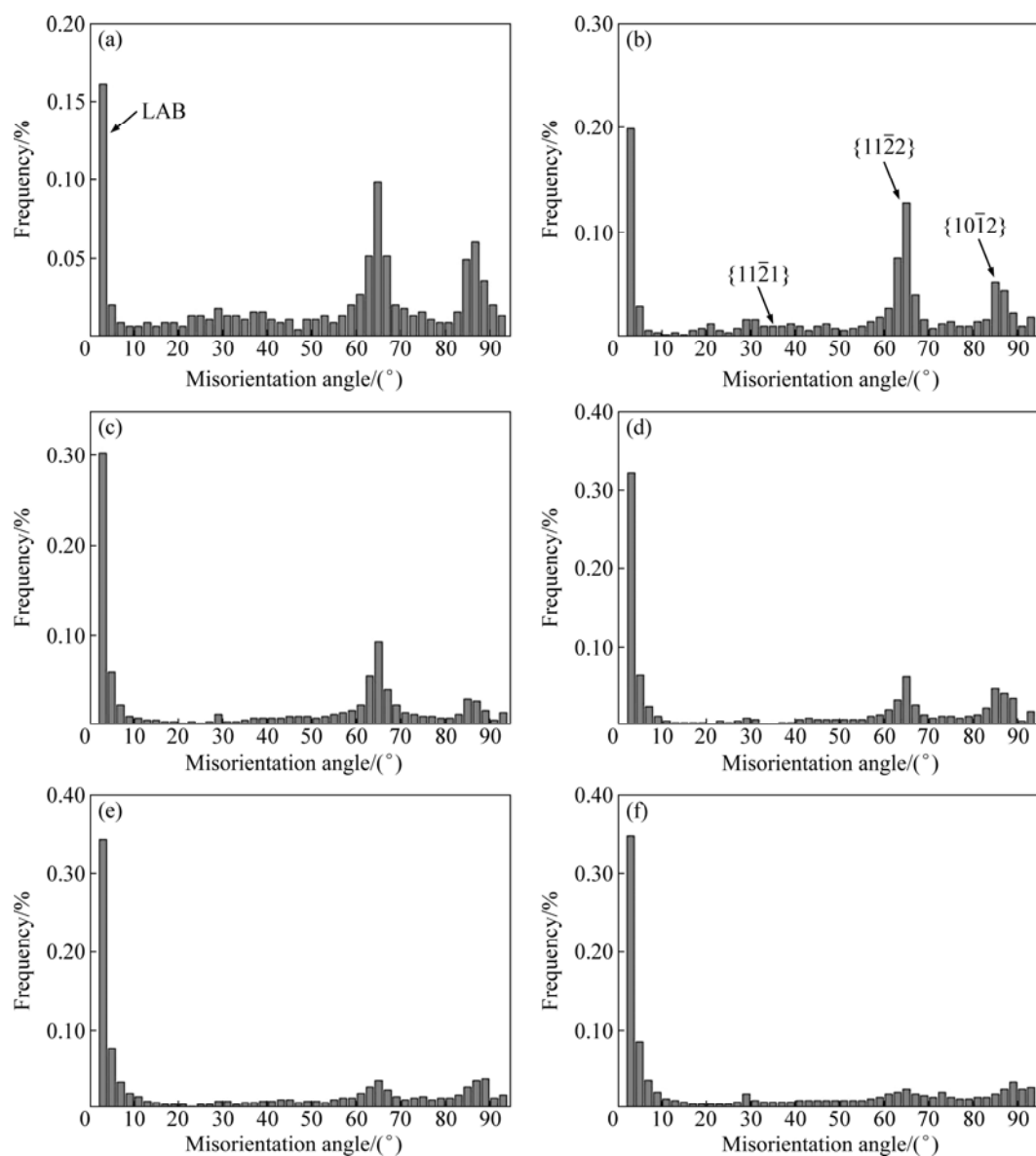


图 5 QSC 纯钛样品不同应变下的晶界取向差分布

Fig. 5 Grain-boundary misorientation angle distribution for QSC Ti samples deformed at different strains: (a) $\varepsilon=0.05$; (b) $\varepsilon=0.1$; (c) $\varepsilon=0.15$; (d) $\varepsilon=0.2$; (e) $\varepsilon=0.3$; (f) $\varepsilon=0.4$ (Peaks at 35° , 64° and 85° correspond to $\{11\bar{2}1\}$, $\{11\bar{2}2\}$ and $\{10\bar{1}2\}$ deformation twins, respectively. LAB: Low angle boundaries with less than misorientation angle of 15°)

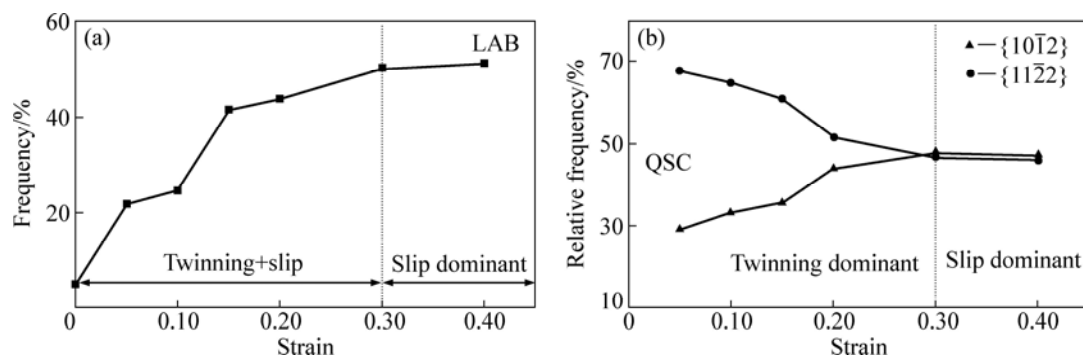


图 6 QSC 纯钛小角晶界及 $\{10\bar{1}2\}$ 和 $\{11\bar{2}2\}$ 孪晶晶界含量

Fig. 6 Frequencies of LABs (a) and $\{10\bar{1}2\}$ and $\{11\bar{2}2\}$ twins of QSC pure Ti (b)

REFERENCES

- [1] 张喜燕, 赵永庆, 白晨光. 钛合金及应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 2005.
ZHANG Xi-yan, ZHAO Yong-qing, BAI Chen-guang. Titanium alloy and its application[M]. Beijing: Chemical Industry Press, 2005.
- [2] LUTJERING G, WILLIAMS J C. Titanium[M]. 2nd ed. New York: Springer, 2007.
- [3] 孙巧艳, 朱蕊花, 刘翠萍, 于振涛. 工业纯钛机械孪晶演化及其对纯钛低温力学性能的影响[J]. 中国有色金属学报, 2006, 16(3): 592–598.
SUN Qiao-yan, ZHU Rui-hua, LIU Cui-ping, YU Zhen-tao. Twinning behavior and its effect on mechanical behavior of commercial titanium at cryogenic temperature[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2006, 16(3): 592–598.
- [4] YOO M H. Slip, twinning, and fracture in hexagonal close-packed metals[J]. Metallurgical Transactions A, 1981, 12: 409–418.
- [5] BOZZOLO N, DEWOBROTO N, WENK H R, WAGNER F. Microstructure and microtexture of highly cold-rolled commercially pure titanium[J]. Journal of Materials Science, 2006, 42: 2405–2416.
- [6] CHRISTIAN J W, MAHAJANT S. Deformation twinning[J]. Progress in Materials Science, 1995, 39: 1–157.
- [7] CHUN Y, YU S, SEMIATIN S, HWANG S. Effect of deformation twinning on microstructure and texture evolution during cold rolling of CP-titanium[J]. Materials Science and Engineering A, 2005, 398: 209–219.
- [8] XU F, ZHANG X Y, NI H T, CHENG Y M, ZHU Y T, LIU Q. Effect of twinning on microstructure and texture evolutions of pure Ti during dynamic plastic deformation[J]. Materials Science and Engineering A, 2013, 564: 22–33.
- [9] LEE H P, ESLING C, BUNGE H J. Development of the rolling texture in titanium[J]. Textures and Microstructures, 1988, 7: 317–337.
- [10] ZENG Z, JONSSON S, ROVEN H J. The effects of deformation conditions on microstructure and texture of commercially pure Ti[J]. Acta Materialia, 2009, 57: 5822–5833.
- [11] 蒋建华, 丁 毅, 单爱党. 冷轧工业纯钛的微观组织及力学性能[J]. 中国有色金属学报, 2010, 20(1): 58–61.
JIANG Jian-hua, DING Yi, SHAN Ai-dang. Microstructures and mechanical properties of commercial purity Ti rolled at room temperature[J]. The Chinese Journal of Nonferrous Metals, 2010, 20(1): 58–61.
- [12] LI H W, ZHANG X L, CHEN J Y, LI J S. Effects of stress state on texture and microstructure in cold drawing-bulging of CP-Ti sheet[J]. Transactions of Nonferrous Metals Society of China, 2013, 23(1): 23–31.
- [13] XU F, ZHANG X Y, NI H T, LIU Q. $\{11\bar{2}4\}$ deformation twinning in pure Ti during dynamic plastic deformation[J]. Materials Science and Engineering A, 2012, 541: 190–195.
- [14] MULLINS S, PATCHETT B M. Deformation microstructures in titanium sheet metal[J]. Metallurgical Transactions A, 1981, 12: 853–863.
- [15] BOZZOLO N, CHAN L, ROLLETT A D. Misorientations induced by deformation twinning in titanium[J]. Journal of Applied Crystallography, 2010, 43: 596–602.
- [16] NUMAKURA H, MINONISHI Y, KOIWA M L. $\{10\bar{1}1\}\langle\bar{1}\bar{1}23\rangle$ slip in titanium polycrystals at room temperature[J]. Scripta Materialia, 1986, 20: 1581–1586.

(编辑 陈卫萍)