

冷轧工业纯钛的微观组织及力学性能

蒋建华, 丁 毅, 单爱党

(上海交通大学 材料科学与工程学院, 上海 200240)

摘 要: 通过异步和同步混合方式在室温下轧制 TA2 工业纯钛, 获得的抗拉强度为 960 MPa。轧制后材料的微观组织分析表明, 经强烈塑性变形后材料仍然具有加工硬化的能力, 能够通过变形强化进一步提高其强度。强度提高的主要原因是由于具有较高应变能的材料在进一步塑性变形时可能产生动态回复, 从而改变其微观组织形貌。

关键词: 工业纯钛; 强烈塑性变形; 强度; 加工硬化

中图分类号: TF 804.3

文献标志码: A

Microstructures and mechanical properties of commercial purity Ti rolled at room temperature

JIANG Jian-hua, DING Yi, SHAN Ai-dang

(School of Materials Science and Engineering, Shanghai Jiao Tong University, Shanghai 200240, China)

Abstract: TA2 commercial purity Ti (CP-Ti) was asymmetrically and symmetrically rolled at room temperature. An ultimate tensile strength of 960 MPa is obtained. The microstructures of the rolled materials were investigated. The results show that the CP-Ti processed by severe plastic deformation still has ability for work hardening and can be strengthened again. The main reason of such strengthening probably caused by the variation of the microstructures results from the dynamic recovery occurred during further plastic deformation.

Key words: commercial purity Ti; severe plastic deformation; strength; work hardening

由于具有高比强度和生物相容性等独特的性能, 工业纯钛(CP-Ti)在生物医学等领域显示出巨大的应用潜力, 因而日益受到关注, 但它的实际应用受到了强度性能不足的限制。强烈塑性变形(SPD)作为一种非常有效的晶粒细化手段, 已被证明可以显著提高材料的力学性能, 尤其是强度。SPD 方法主要包括等径通道挤压(ECAP)和高压扭转(HPT)等, 已成功应用于各种金属及合金材料。大量实验结果表明, 这些 SPD 方法同样也能在 CP-Ti 中取得良好的效果^[1-7], 而且 Ti 具有六方晶体结构, 研究其强变形过程中的变形机制也有重要的理论意义。CP-Ti 的 ECAP 通常在一定温度(200~500 ℃)下进行, 获得的最大断裂强度(UTS)为 540~710 MPa。为了抑制晶粒细化过程中的回复和动态再结晶效应以进一步提高其强度, 在室温下采用

ECAP 和叠轧焊(ARB)对 CP-Ti 进行加工, 断裂强度分别提高到 780 MPa 和 892 MPa。因此, 采用 SPD 工艺在室温甚至低温下处理 CP-Ti 能够获得更高的强度。

但是通过上述 SPD 工艺制备的超细晶材料的尺度通常较小, 所以在实际应用方面有很大的局限性。已经有研究表明, 异步轧制工艺也能够作为一种强烈塑性变形手段获得超细晶材料^[8-9]。例如, 在 Al 及 Al 合金以及 Fe 等材料中能够通过异步轧制将晶粒尺寸细化到 1 μm 以下, 得到超细晶(UFG)材料, 从而提高材料的强度。相对于其他 SPD 工艺, 异步轧制方法具有更好的工业应用前景, 但是关于异步轧制纯 Ti 的研究还比较少。最近, KIM 等^[10]通过室温异步轧制方法对 CP-Ti 进行了研究。结果表明, CP-Ti 能够在室温下进行轧制, 且能够显著提高 CP-Ti 的强度, 其值达

到 895 MPa,通过适当的退火处理能够进一步改善材料的性能;他们从热力学角度计算了轧制导致的温度变化,解释了 CP-Ti 能够在室温进行变形的原因。我们在前期对 Al 和 Fe 轧制研究的基础上^[11-12],利用不同的轧制工艺组合在室温下对 CP-Ti 进行轧制,研究轧制过程中的组织变化及其对强度的影响。

1 实验

本实验所用材料为由宝钢提供的 2 级工业纯钛 (TA2 CP-Ti),原始状态为热轧态。将材料切割成条状,尺寸为 1.2 mm×9 mm×20 mm。将初始厚度为 9 mm 的 Ti 板异步轧制至 1.5 mm,其中部分样品继续同步轧制至 0.3 mm。实验中异步轧制采用同径异速方式,轧辊直径均为 130 mm,上辊固定速度为 33 r/min,下辊转速在 0~33 r/min 范围内可调,本试验下辊转速为 22 r/min,异速比为 1.5。实验中,当两轧辊采用相同转速,即 33 r/min 时即为同步轧制。轧制过程中没有添加任何润滑剂。

轧制后力学性能测试样品沿轧制方向切割得到,室温拉伸实验在 Zwick/Roell Z020 试验机上进行,应变速率为 $1 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ 。金相观察样品取轧制试样侧面,采用硝酸和氢氟酸混合液腐蚀样品,在 LeICA-MEF4M 光学显微镜上进行观察。透射电镜观察在 JEOL-2010 上进行,样品由机械磨抛和离子减薄制备。

2 结果与讨论

CP-Ti 轧制前、后的拉伸曲线如图 1 所示。原始热轧态材料的强度为 450 MPa,伸长率大于 25%,经过 83%的异步轧制后,强度提高到 800 MPa 左右,而伸长率则下降到 9%。在经过进一步同步轧制后(轧下量 80%),材料的强度由 800 MPa 提高到了 960 MPa,伸长率则降为 7%。在文献[11]中,异步轧制 CP-Ti 的强度为 895 MPa,大于本研究中的 800 MPa,这主要是因为异速比不同。在 KIM 等的实验中,采用的异速比为 3,而本实验中由于设备的限制,只能采用 1.5 的异速比。另外一个可能的原因就是不同的起始样品厚度,一般认为,初始厚度越薄,异步轧制对晶粒的细化效果越大。事实上,文献[11]中轧制后材料的晶粒大小为 100~300 nm,远小于本文中材料的晶粒尺寸。

CP-Ti 经异步轧制 83%后再经 80%的同步轧制后,

其强度显著提高(见图 1),UTS 达到 960 MPa,相对于初始的材料,强度提高了 1 倍多,这是一般的轧制所不能达到的效果。通常情况下,对称轧制能够导致材料产生加工硬化,而晶粒细化的效果不大;而不对称轧制则由于存在附加的剪切应力,会导致材料中晶粒产生细化效果。

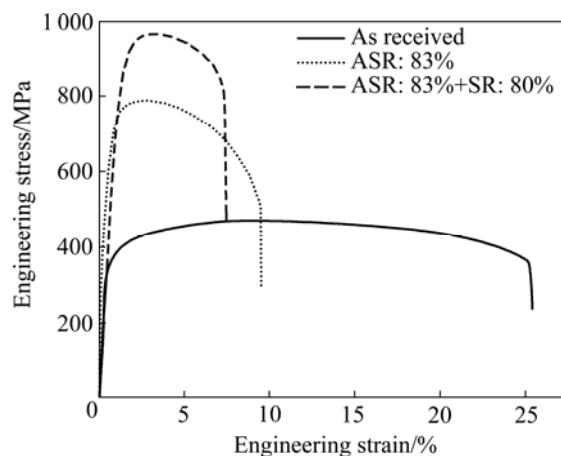


图1 不同工艺路线轧制工业 CP-Ti 的拉伸曲线

Fig.1 Tensile curves of CP-Ti rolled by different techniques

图 2 所示为 CP-Ti 轧制前、后的金相组织照片。其中:图 2(a)所示为轧制前的组织,晶粒尺度为 50 μm 左右,晶粒形态未见明显拉长。在晶粒内部存在条状结构,可能为变形孪晶。图 2(b)和(c)所示分别是经异步轧制后以及异步+同步轧制后的组织,图中不能看到明显的晶粒形貌,但可以看到材料变形后的流变情况,类似于剪切带,这和文献[11]的结果相同,即超细晶的形成机制与这些剪切带相关。

图 3 所示为经 83%异步轧制后 CP-Ti 的 TEM 像及其对应的选区电子衍射斑点。由图 3 可见,该组织包含了拉长晶粒和等轴晶粒,平均晶粒尺寸小于 1 μm ,在晶粒内部存在大量位错。相应的电子衍射斑点拉长成为环状,表明组织中具有一定含量的大角度晶界。异步轧制过程中,CP-Ti 中首先形成拉长的晶粒,进一步的变形以及动态回复导致其中的高密度位错逐渐转变为小角度晶界,形成等轴晶粒(见图 3(a))。但是,材料中的拉长晶粒及其内部高密度位错的存在说明变形过程中动态回复并不充分,因此,晶粒间以小角度晶界为主,图 3(b)中的衍射斑点也证明了这结果。

经 83%异步轧制后再进行同步轧制后的微观形貌如图 4 所示。相对于异步轧制样品的组织,该样品的组织基本由等轴晶粒组成,晶粒尺度大约为 500 nm,相应的 SAED 斑点表明,区域内的大角度晶界含量

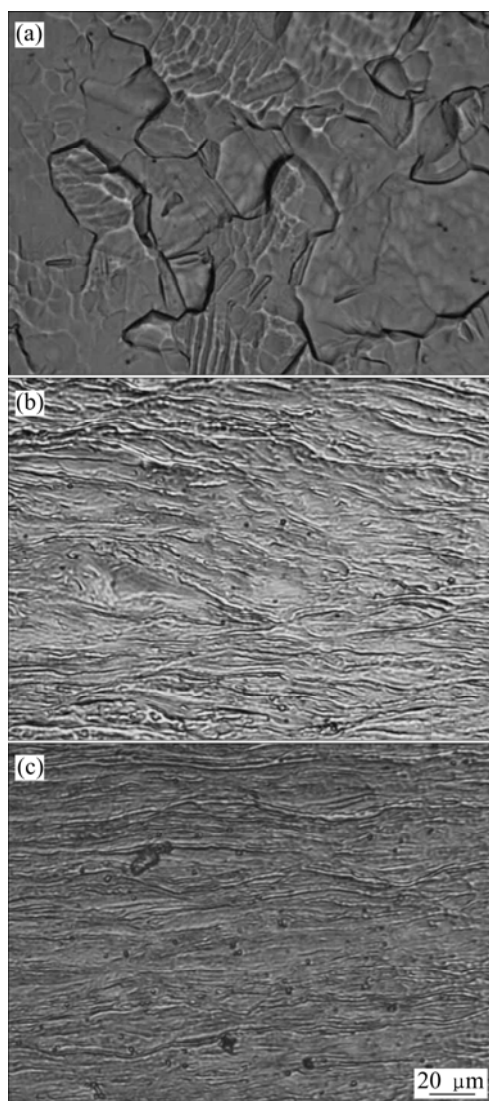


图 2 CP-Ti 的金相组织

Fig.2 Metallographs of CP-Ti: (a) Original material; (b) 83% asymmetrically rolled; (c) 83% asymmetrically rolled+80% symmetrically rolled

很高。一般认为,在同步轧制条件下,材料中产生的剪切应变比较小,对于晶粒细化效果很小。但是在本实验中,由于前期的异步轧制作用,材料内部存在较高密度位错,同步轧制导致材料进一步发生塑性变形,因此,积累了很高的应变能,导致它很容易发生动态回复甚至动态再结晶(见图 4(a))。材料中的晶粒尺寸减小,我们认为这是动态再结晶所形成的。同时,在这一过程中,小角度晶界吸收位错,转变成大角度晶界。根据图 1 的结果,异步轧制后,CP-Ti 的断裂伸长率为 9%,说明它仍然具有一定的塑性,能够继续进行变形,产生加工硬化,所以,图 4(a)中还存在较高的位错密度。

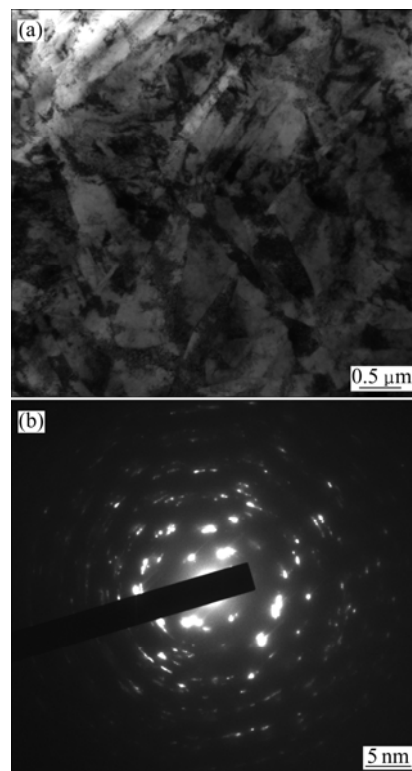


图 3 异步轧制 CP-Ti 的 TEM 像及 SAED 斑点

Fig.3 TEM image of asymmetrically rolled CP-Ti(a) and its corresponding SAED pattern(b)

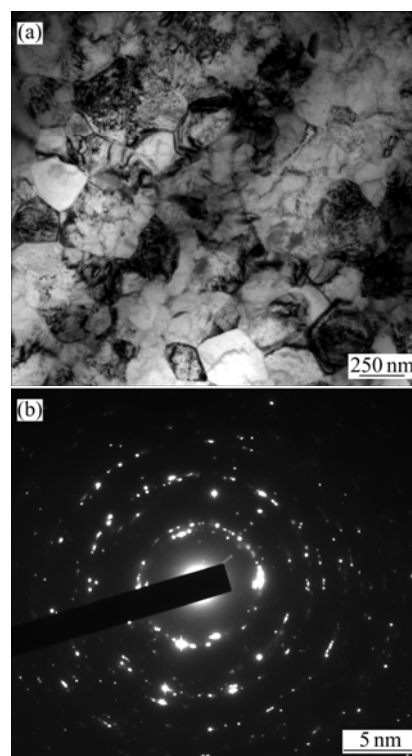


图 4 异步轧制+同步轧制 CP-Ti 的 TEM 像及 SAED 斑点

Fig.4 TEM image of CP-Ti asymmetrically and symmetrically rolled(a) and its corresponding SAED pattern(b)

3 结论

采用不同方式在室温下轧制 CP-Ti, 获得的抗拉强度分别为 800 MPa 和 960 MPa。对轧制后材料的微观组织进行了分析, 结果表明, 经强烈塑性变形后材料仍然具有较大的加工硬化能力, 能够通过变形强化进一步提高其强度。主要原因是由于具有高应变能的材料在进一步塑性变形时可能产生动态回复甚至再结晶, 从而改变了其微观组织形貌。

REFERENCES

- [1] JIA D, WANG Y M, RAMESH K T, MA E, ZHU Y T, VALIEV R Z. Deformation behavior and plastic instabilities of ultrafine-grained titanium[J]. *Applied Physics Letters*, 2001, 79: 611–613.
- [2] STOLYAROV V V, ZHU Y T, ALEXANDORV I V, LOWE T C, VALIEV R Z. Influence of ECAP routes on the microstructure and properties of pure Ti[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2001, 299: 59–67.
- [3] SERGUEEVA A V, STOLYAROV V V, VALIEV R Z, MUKHERJEE A K. Advanced mechanical properties of pure titanium with ultrafine grained structure[J]. *Scripta Materialia*, 2001, 45: 747–752.
- [4] STOLYAROV V V, ZHU Y T, RAAB G I, ZHARIKOV A I, VALIEV R Z. Effect of initial microstructure on the microstructural evolution and mechanical properties of Ti during cold rolling[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2004, 385: 309–313.
- [5] STOLYAROV V V, PROKOFIEV E A, VALIEV R Z, LOWE T C, ZHU Y T. Structure and properties of Ti alloys processed by ECAP[C]//ZHU Y T, VARYUKHIN V. *Nanostructured Materials by High-Pressure Severe Plastic Deformation*. Netherland: Springer, 2006.
- [6] ZHAO X C, FU W J, YANG X R, LANGDON T G. Microstructure and properties of pure titanium processed by equal-channel angular pressing at room temperature[J]. *Scripta Materialia*, 2008, 59: 542–545.
- [7] CHEN Y J, LI Y J, WALMSLEY J C, DUMOULIN S, ROVEN H J. Deformation structures of pure titanium during shear deformation[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2010, 41: 787–794.
- [8] CUI Q, OHORI K. Grain refinement of high purity aluminum by asymmetric rolling[J]. *Materials Science and Technology*, 2000, 16: 1095–1101.
- [9] JIN H, LLOYD D J. The tensile response of a fine-grained AA5754 alloy produced by asymmetric rolling and annealing[J]. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 2004, 35: 997–1006.
- [10] KIM W J, YOO S J, LEE J B. Microstructure and mechanical properties of pure Ti processed by high-ratio differential speed rolling at room temperature[J]. *Scripta Materialia*, 2010, 62: 451–454.
- [11] JIANG J H, DING Y, ZUO F Q, SHAN A D. Mechanical properties and microstructures of ultrafine grained pure aluminum by asymmetric rolling[J]. *Scripta Materialia*, 2009, 60: 905–908.
- [12] DING Y, JIANG J H, SHAN A D. Microstructures and mechanical properties of commercial purity iron processed by asymmetric rolling[J]. *Materials Science and Engineering A*, 2009, 509: 76–80.

(编辑 杨 华)