

温度与时间如何塑造冷轧纯钛的“筋骨”与“韧性”——TA1 工业纯钛组织与力学性能研究

Tailoring Microstructure and Properties: Influence of Annealing Parameters on Cold-rolled TA1 Pure Titanium

供稿|曹育菡, 孙宇幸, 张鹏飞, 肖瑛, 魏东东, 牛文字 / CAO Yuhan, SUN Yuxing, ZHANG Pengfei, XIAO Ying, WEI Dongdong, NIU Wenyu

内容导读

为探究退火工艺（温度、保温时间）对冷轧工业纯钛 TA1 微观组织演变与力学性能的影响规律，本研究对经历不同冷轧变形量（压下量 20%、40%、80%）的 TA1 试样，系统开展了 550 和 630 °C 下保温 10、30 和 60 min 的退火实验。研究发现，变形量驱动再结晶温度降低：随冷轧压下量增加，试样发生再结晶所需的退火温度显著降低；保温时间促进再结晶进程：在相同退火温度下，延长保温时间有效提升了材料的再结晶程度；再结晶程度主导力学性能：材料再结晶程度提高导致其强度下降，而塑性（延伸率）显著提升；变形量与织构导致性能各向异性：较低变形量（20%、40%）试样退火后，其横向与纵向拉伸性能呈现明显差异，这与冷轧塑性变形机制及形成的织构密切相关；细晶诱发特殊屈服行为：高变形量（80%）试样经特定退火（550 °C/10 min）获得细晶组织（~6 μm）后，其拉伸曲线出现明显屈服平台，该现象归因于变形过程中高临界应力 $\langle c+a \rangle$ 位错的大量开动与缠结。本研究结果揭示了冷轧变形量与退火参数协同作用对 TA1 工业纯钛组织性能的调控机制，为优化其退火工艺以获得目标性能提供了依据。

钛及钛合金因质量轻、强度和比强度高、无磁性，且具有良好的耐蚀性和生物相容性^[1-3]，成为新型结构材料和生物工程材料，广泛应用于航空航天、石油、化工、海洋、医疗等领域^[4-6]。工业纯钛

是一种滑移系较少、对称性较差的密排六方金属，其变形以柱面滑移为主，并且常伴随孪生现象^[7-8]，在冷变形过程中易产生裂纹，因此冷轧纯钛带通常需经过退火处理才能使用。工业纯钛退火处理的主

作者单位：新疆湘润新材料科技有限公司，新疆 哈密 839000

要目的是调控组织结构,以获取优良的使用性能,其工艺参数直接影响钛带材产品质量^[9-11]。在冷轧工业纯钛的退火处理中,再结晶程度对其成品力学性能影响较大,而影响再结晶的因素主要为原始晶粒尺寸、冷轧压下量以及退火工艺参数。目前,已有不少学者开展相关研究。徐国富等^[12]利用电子背散射衍射(EBSD)、取向分布函数(ODF)等测试手段和分析方法,研究纯钛的退火再结晶行为,发现晶粒长大前期结构变化显著,随着晶粒的长大和退火时间的延长,织构变化逐渐缓慢,充分退火后,最终织构位于 $\{10^\circ, 80^\circ, 50^\circ\}$ 附近,但该研究未涉及材料性能分析;曹继敏等^[13]对纯钛进行 $650^\circ\text{C}\times(10\sim 90)\text{min}$ 的再结晶等温退火处理,研究纯钛在等温加热过程中再结晶晶粒的生长行为,分析等温保温时间对纯钛晶粒尺寸及力学性能的影响,结果表明再结晶退火保温 60min 后,晶粒尺寸增长速率下降,随着保温时间的延长,抗拉强度、屈服强度及硬度逐渐降低,伸长率先提高后略有下降;Hayama等^[14]将双电子束熔化(EBM)制备的高纯钛锭冷轧后,分别在 500°C 、 700°C 和 800°C 下真空退火 1h ,观察初始晶粒结构及退火处理后材料的微观结构,发现在 700°C 和 800°C 下退火时,变形量 50% 和 70% 的冷轧钛保温 15min 即可完全再结晶,且不同退火工艺下晶粒尺寸和取向存在明显差异。目前,关于退火工艺及冷轧压下量对材料组织与性能的系统性研究有待深入,为此本文对压下量分别为 20% 、 40% 和 80% 冷轧工业纯钛TA1进行 550°C 和 630°C 不同保温时间的退火处理实验,旨在探究不同退火工艺对工业纯钛TA1微观组织和拉伸性能的影响规律,为工业纯钛的实际工程应用提供理论支撑。

实验方法

本实验原料采用工业纯钛TA1热轧钛卷,切割获取尺寸约为 $60\text{mm}\times 80\text{mm}\times 4\text{mm}$ 的原始试样,分别对原始试样进行压下量为 20% 、 40% 和 80% 的室温单向多道次轧制变形。钛的熔点为 1668°C ,根据公式 $T_{\text{MTR}}=\delta T_{\text{MP}}$ (T_{MTR} 为再结晶温度, T_{MP} 为熔点, δ 为系数),可得到钛的再结晶温度约为 480°C 。结合纯钛实际生产中的退火温度 $550\sim 650^\circ\text{C}$,为探究退火处理工艺对不同压下量轧制试样

微观组织及力学性能的影响,本实验设计不同的退火工艺:退火温度为 550°C 和 630°C ,保温时间分别为 10 、 30 和 60min (简记为退火温度/保温时间,例如 $550^\circ\text{C}/10\text{min}$),冷却方式为炉冷,在马弗炉中完成退火处理。在性能检测环节,采用电火花线切割技术加工标距长度为 12.5mm 的拉伸试样,利用INSTRON5969拉伸试验机检测试样的室温力学性能,应变速率为 10^{-3}s^{-1} 。在显微组织观察方面,一组试样经 240° 、 800° 和 1500° 砂纸打磨并抛光至镜面后,使用体积分数为 $5\%\text{HF}+12\%\text{HNO}_3+83\%\text{H}_2\text{O}$ 的溶液进行腐蚀,通过Nikon MA200金相显微镜观察试样组织;另一组试样经 240° 、 800° 及 1500° 砂纸打磨后进行电解抛光处理,利用配备EBSD探头的Zeiss GEMINI 500扫描电子显微镜观察试样的显微组织和织构。

实验结果

金相组织

图1为压下量 20% 的试样经 550°C 和 630°C 不同保温时间退火处理后的金相显微图像。由图1(a)可知, $550^\circ\text{C}/10\text{min}$ 退火处理时,试样晶内孪晶较多;延长保温时间至 30min ,孪晶数量减少且晶内孪晶长度明显缩短;保温 60min 后,孪晶数量进一步减少 50% ,晶内平均孪晶长度由 $80\mu\text{m}$ 缩短至 $30\mu\text{m}$,可见该条件下试样未产生完全再结晶。对比图1(d)~1(f)可知,退火温度为 630°C ,保温 10 与 30min 时,虽出现再结晶晶粒,但晶粒尺寸不均匀且仍存在少量孪晶;而经 $630^\circ\text{C}/60\text{min}$ 退火处理后,试样组织均匀性较好且晶粒内几乎无孪晶残留,可判定达到完全再结晶状态,此时的平均晶粒尺寸为 $30\mu\text{m}$ 。该结果表明, 630°C 退火的试样再结晶程度显著优于 550°C ,说明提高温度可以有效促进材料再结晶^[13]。

图2为压下量 40% 的试样经 550°C 和 630°C 不同保温时间退火处理后的金相显微图像。在 $550^\circ\text{C}/10\text{min}$ 的退火条件下,试样整体组织均匀性较差(如图2(a)所示);延长保温时间至 30min ,孪晶数量减少,大晶粒内部及晶界处出现再结晶现象;当保温时间达到 60min 时,孪晶基本消失,部分拉

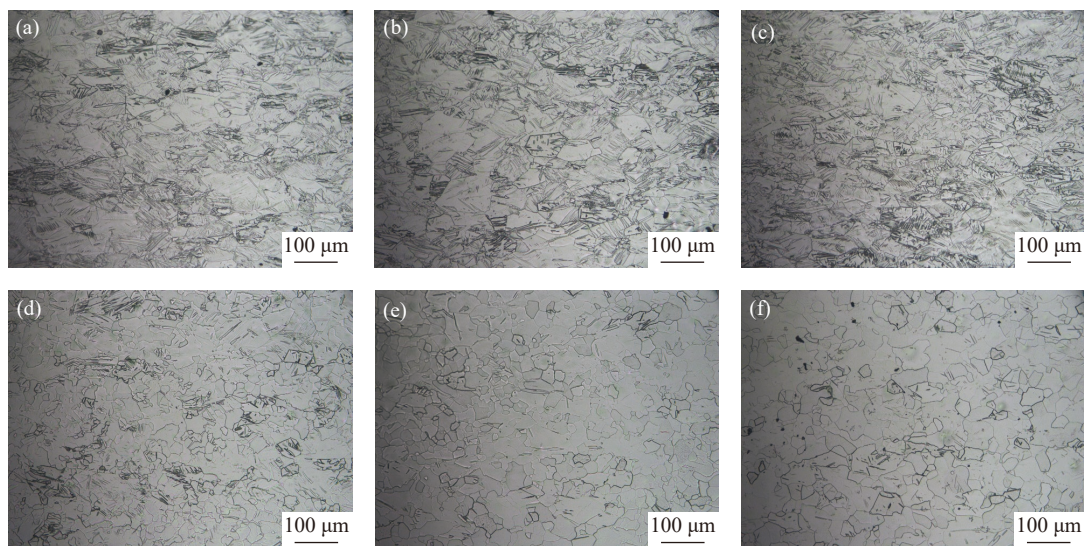


图1 压下量 20% 的试样不同退火工艺下的金相图: (a) 550 °C/10 min; (b) 550 °C/30 min; (c) 550 °C/60 min; (d) 630 °C/10 min; (e) 630 °C/30 min; (f) 630 °C/60 min

长大晶粒破碎形成若干较小的再结晶晶粒，相较于压下量 20% 的试样，其再结晶程度明显更高。观察图 2(d)~2(f) 中 630 °C 下不同保温时间退火处理的金相显微图像发现，随着退火温度的提高，试样再结晶程度显著增强；保温 30 与 60 min 后，试样组织均匀性进一步提升，晶粒尺寸更小，平均晶粒尺寸仅为 25 μm。这是由于在退火处理时，压下量 40% 的试样中位错密度较大的晶粒和晶界处更易产生再结晶形核，加之变形储能较高，促使再结晶形核率增加，晶粒快速长大，从而获得更加细小的组织。

图 3 为压下量 80% 的试样经 550 和 630 °C 不同保温时间退火处理后的金相显微图像。图 3(a) 中，试样经 550 °C/10 min 退火后形成极细等轴晶组织；保温 30 和 60 min 后，组织仍为等轴晶粒，平均晶粒尺寸为 6 μm，说明此时已达到完全再结晶状态。由图 3(d)~3(f) 可知，晶粒尺寸随保温时间的延长显著增大，平均晶粒尺寸由 14 μm 增至 25 μm，可见提高退火温度、延长保温时间均会导致晶粒明显长大。

再结晶态

基于上述金相组织分析，压下量 20% 经 550 °C/

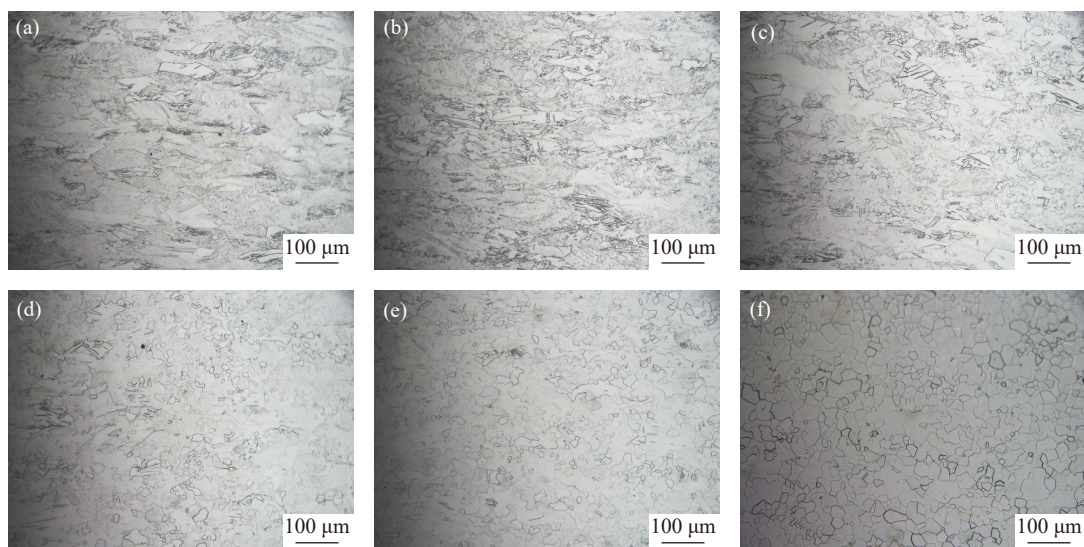


图2 压下量 40% 的试样不同退火工艺下的金相图: (a) 550 °C/10 min; (b) 550 °C/30 min; (c) 550 °C/60 min; (d) 630 °C/10 min; (e) 630 °C/30 min; (f) 630 °C/60 min

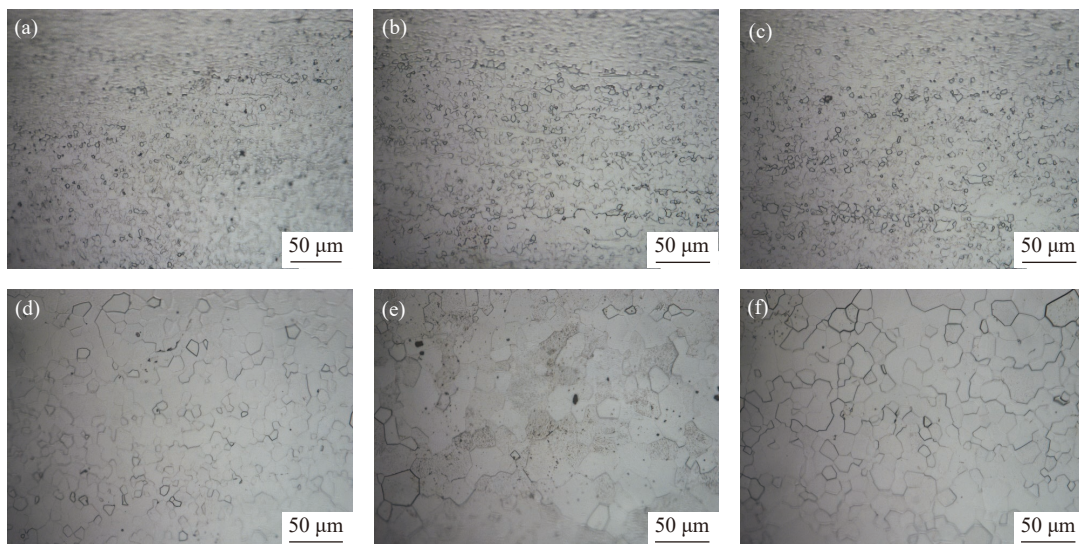


图3 压下量 80% 的试样不同退火工艺下的金相图: (a) 550 °C/10 min; (b) 550 °C/30 min; (c) 550 °C/60 min; (d) 630 °C/10 min; (e) 630 °C/30 min; (f) 630 °C/60 min

10 min 处理后试样为未完全再结晶组织, 而压下量 40% 经 630 °C/60 min 处理后试样为完全再结晶组织, 这 2 组工艺分别代表不同压下量和退火条件下的试样状态, 可用于进一步证实材料的再结晶程度。因此, 选取这 2 组试样进行 EBSD 检测分析, 结果如图 4~5 所示。由图 4(a) 可知, 压下量 20% 经

550 °C/10 min 退火处理后的反极图 (IPF) 中仍存在孪晶和变形组织, 晶粒分布不均匀。结合内核平均取向差 (KAM) (如图 4(b) 所示) 可知, 其几何必须位错密度 (GND) 较高, 表明该条件下材料未完全再结晶。对比可见, 压下量 40% 经 600 °C/60 min 退火处理后的 IPF 图 (如图 5(a) 所示) 中为平均晶粒

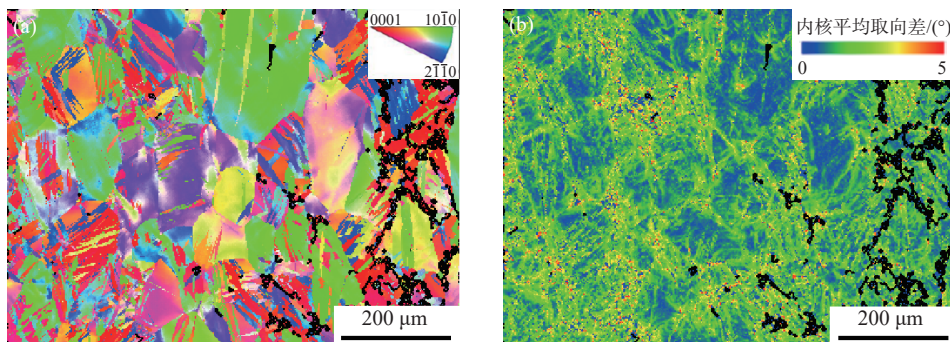


图4 压下量 20% 的试样经 550 °C/10 min 退火处理后的 EBSD 结果: (a) IPF 图; (b) KAM 图

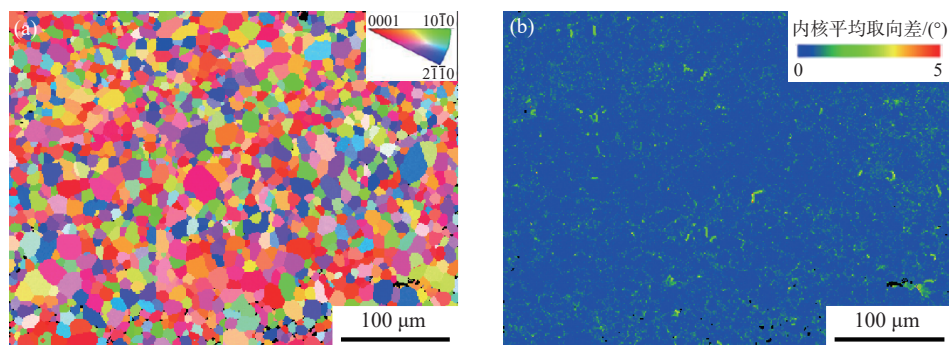


图5 压下量 40% 的试样经 630 °C/60 min 退火处理后的 EBSD 结果: (a) IPF 图; (b) KAM 图

尺寸 $25\text{ }\mu\text{m}$ 且分布均匀的等轴晶，晶内 GND 几乎为零，说明此退火条件下材料发生完全再结晶，进一步证实上述金相分析结论。

力学性能

为探究压下量及退火工艺对材料力学性能的影响，选取压下量 20% 经 $550\text{ }^{\circ}\text{C}/10\text{ min}$ 和压下量 40% 经 $630\text{ }^{\circ}\text{C}/60\text{ min}$ 处理后的 2 组试样的拉伸数据进行对比分析，以此说明完全再结晶组织和未完全再结晶组织对材料拉伸力学性能的影响。此外，由于不同压下量和退火工艺会导致完全再结晶晶粒尺寸存在差异，为探究不同再结晶晶粒尺寸对拉伸性能的影响，本研究选取平均晶粒尺寸为 $6\text{ }\mu\text{m}$ 的试样（工艺条件为压下量 80% 经 $550\text{ }^{\circ}\text{C}/10\text{ min}$ 退火处

理）进行力学性能对比分析。

图 6 为不同退火工艺下，压下量 20%、40% 和 80% 的冷轧纯钛 TA1 的应力-应变曲线。对比 20%/ $550\text{ }^{\circ}\text{C}/10\text{ min}$ 和 40%/ $630\text{ }^{\circ}\text{C}/60\text{ min}$ 试样的拉伸曲线发现，后者强度较低、延伸率更高。结合金相组织及 EBSD 分析结果可知，随着材料再结晶程度的提高，其强度降低但延伸率增加。这是因为压下量 40% 的试样冷变形程度更高，储能更多；相较于压下量 20% 的退火工艺，压下量 40% 的退火温度更高、保温时间更长，从而提供更大的再结晶的驱动力。因此，压下量 40% 经 $630\text{ }^{\circ}\text{C}/60\text{ min}$ 退火处理试样的再结晶程度更高，导致其与压下量 20% 试样的性能差异较大。

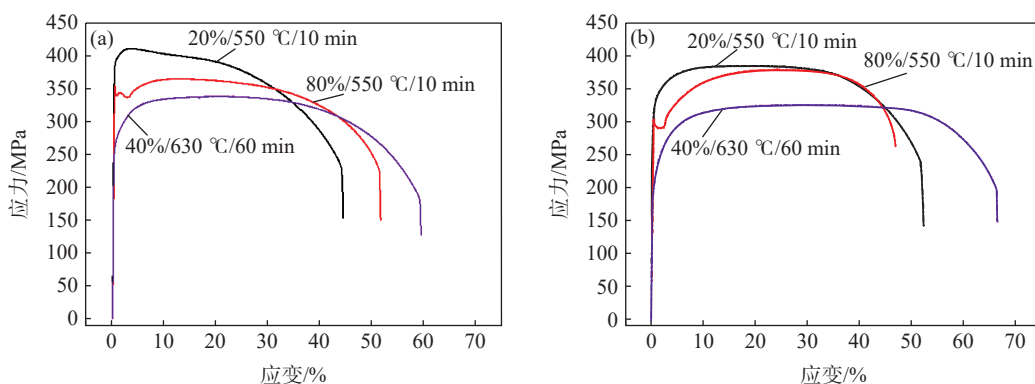


图 6 冷轧 TA1 工业纯钛不同退火工艺下的横向 (a) 和纵向 (b) 应力-应变曲线

此外，压下量 20% 和 40% 试样经退火处理后的横向与纵向拉伸性能存在显著差异，纵向强度较低但延伸率较高。这是因为压下量 20% 的试样未发生完全再结晶，依然存在较多孪晶，文献 [15-16] 的研究显示，纯钛冷轧变形组织不利于材料变形；而压下量 40% 的试样虽发生完全再结晶，但再结晶退火后的组织主要继承冷轧组织，同时形成新的再结晶组织，产生的棱锥组织属于非对称组织，会使钛板带呈现明显的力学性能各向异性。

压下量 80% 经 $550\text{ }^{\circ}\text{C}/10\text{ min}$ 退火处理的试样完全再结晶后延伸率较低，但屈服强度和抗拉强度较压下量 40% 经 $630\text{ }^{\circ}\text{C}/60\text{ min}$ 退火处理的试样高，且横向与纵向曲线均出现屈服平台。纯钛在室温下的晶体结构为密排六方结构，塑性变形时主要存在 $\langle c+a \rangle$ 和 $\langle a \rangle$ 2 种滑移系及位错类型，其中 $\langle c+a \rangle$ 位

错开动所需临界分切应力 (CRSS) 更高^[17]。雍鹏凌^[18]的研究表明，几微米晶粒尺寸的纯钛试样拉伸过程中更易诱发高密度 $\langle c+a \rangle$ 位错。对比冷轧纯钛 TA1 压下量 20% ($550\text{ }^{\circ}\text{C}/10\text{ min}$ 退火处理)、40% ($630\text{ }^{\circ}\text{C}/60\text{ min}$ 退火处理) 和 80% ($550\text{ }^{\circ}\text{C}/10\text{ min}$ 退火处理) 试样的平均晶粒尺寸可知，压下量 80% 经 $550\text{ }^{\circ}\text{C}/10\text{ min}$ 退火处理后试样的平均晶粒尺寸最小，仅为 $6\text{ }\mu\text{m}$ 。Yu 等^[19]的研究表明， $\langle c+a \rangle$ 位错的可动性低且易缠结，能够为拉伸试样提供显著的加工硬化。压下量 80% 经 $550\text{ }^{\circ}\text{C}/10\text{ min}$ 退火处理后试样的拉伸曲线呈现不连续屈服现象，且在屈服延伸平台的末端出现二次硬化，使得拉伸试样再次进入强化阶段。

结束语

通过对轧制压下量为 20%、40%、80% 的

TA1 工业纯钛试样, 分别进行 550 和 630 °C 不同保温时间 (10、30 和 60 min) 退火处理, 并分析其组织与力学性能发现: 不同压下量试样经不同退火工艺处理后的再结晶程度存在明显差异, 变形量越大, 完全再结晶后组织的细化程度越高; 此外, 延长保温时间可以提高再结晶程度, 而再结晶程度的差异导致力学性能显著变化。对比压下量 20% 和 40% 退火处理试样, 其横向与纵向力学性能存在明显差异, 这与材料塑性变形机制及织构类型密切相关。压下量 80% 经退火处理后的试样拉伸曲线存在屈服平台, 这归因于拉伸变形诱发 $\langle c+a \rangle$ 位错。

参考文献

- [1] 金和喜, 魏克湘, 李建明, 等. 航空用钛合金研究进展. 中国有色金属学报, 2015, 25(2): 280
- [2] 冯智博. 钛制管式换热器制造中的质量控制 [学位论文]. 北京: 华北电力大学, 2018
- [3] 王树军, 冯杉, 顾新盛, 等. 我国火电行业用湿式电除尘器及其未来用钛预测. 钛工业进展, 2018, 35(1): 9
- [4] 纪腾飞, 赵斌, 金跃峰, 等. 钛在海水淡化领域中的应用. 化工装备技术, 2017, 38(1): 9
- [5] 李中, 陈伟, 王宪梅, 等. 钛在汽车上的应用. 世界有色金属, 2010(6): 66
- [6] 赵永庆. 国内外钛合金研究的发展现状及趋势. 中国材料进展, 2010, 29(5): 1
- [7] Bozzolo N, Dewobroto N, Wenk H R, et al. Microstructure and microtexture of highly cold-rolled commercially pure titanium. *J Mater Sci*, 2007, 42(7): 2405
- [8] Chun Y B, Yu S H, Semiatin S L, et al. Effect of deformation twinning on microstructure and texture evolution during cold rolling of CP-titanium. *Mater Sci Eng A*, 2005, 398(1/2): 209
- [9] Lü Y, Molodov D A, Gottstein G. Recrystallization kinetics and microstructure evolution during annealing of a cold-rolled Fe-Mn-C alloy. *Acta Mater*, 2011, 59(8): 3229
- [10] Humphreys F J. A unified theory of recovery, recrystallization and grain growth, based on the stability and growth of cellular microstructures—I. The basic model. *Acta Mater*, 1997, 45(10): 4231
- [11] Bozzolo N, Dewobroto N, Grosdidier T, et al. Texture evolution during grain growth in recrystallized commercially pure titanium. *Mater Sci Eng A*, 2005, 397(1/2): 346
- [12] 徐国富, 崔学敏, 彭小燕. 冷轧工业纯钛的退火再结晶行为. 稀有金属材料与工程, 2013, 42(11): 2263
- [13] 曹继敏, 樊亚军. 纯钛再结晶退火的组织演变和力学性能. 热加工工艺, 2012, 41(24): 17
- [14] Hayama A O F, Sandim H R Z. Annealing behavior of coarse-grained titanium deformed by cold rolling. *Mater Sci Eng A*, 2006, 418(1/2): 182
- [15] Contieri R J, Zanotello M, Caram R. Recrystallization and grain growth in highly cold worked CP-Titanium. *Mater Sci Eng A*, 2010, 527(16/17): 3994
- [16] Liu N, Wang Y, He W J, et al. Microstructure and textural evolution during cold rolling and annealing of commercially pure titanium sheet. *Trans Nonferrous Met Soc China*, 2018, 28(6): 1123
- [17] Gong J C, Wilkinson A J. Anisotropy in the plastic flow properties of single-crystal α titanium determined from micro-cantilever beams. *Acta Mater*, 2009, 57(19): 5693
- [18] 雍鹏凌. 纯钛塑性变形行为和力学性能研究 [学位论文]. 南京: 南京理工大学, 2019
- [19] Yu Q, Sun J, Morris J W, et al. Source mechanism of non-basal $\langle c+a \rangle$ slip in Ti alloy. *Scripta Mater*, 2013, 69(1): 57

基金项目: 新疆维吾尔自治区重点研发任务专项资助项目 (2022B01029)。

作者简介: 曹育菡 (1995—), 女, 陕西省西安市人, 硕士, 中级工程师, 2020 年毕业于西安理工大学材料加工工程专业。主要研究方向: 钛和钛合金材料及其加工工艺研究。通信地址: 新疆湘润新材料科技有限公司; E-mail: yuhancao9@126.com。