

如何“驾驭”钛板成型？——冷轧与退火工艺对纯钛性能的调控

Effects of Cold Rolling and Annealing Processes on the Anisotropy of Industrial Pure Titanium

供稿|高尚飞, 曲家东, 戴山, 赵兵兵, 王怀勇 / GAO Shangfei, QU Jiadong, DAI Shan, ZHAO Bingbing, WANG Huaiyong

内容导读

纯钛材料在冲压成型时常常因为不同方向的力学性能不一致, 即各向异性而遇到困难, 导致成品率低、成本高。为改善这一现象, 本研究以工业纯钛 TA1 为对象, 系统探讨了不同冷轧加工方式与退火温度对其组织与性能的影响。实验通过多火次、小变形量的冷轧工艺, 结合不同温度的再结晶退火处理, 利用金相显微镜、电子背散射衍射 (EBSD) 等先进表征手段, 分析了钛材的微观结构演变与力学行为。结果表明: 采用三火次轧制、终轧加工率为 50%, 并在 620 °C 下进行退火处理的工艺组合, 可显著弱化钛板中的“双峰织构”, 降低各向异性, 从而获得优异的综合塑性, 更利于后续冲压成型。本研究为高性能钛板的生产提供了可靠的工艺依据, 对促进钛材在新能源、3C 电子和医疗等领域的精密应用具有实际意义。

钛材具有低密度、高强度、耐腐蚀、无磁性以及热膨胀系数低等优点, 被誉为“宇航金属”和“海洋金属”^[1]。作为我国新能源、高端化工、3C 电子和健康医疗等领域的新兴材料, 其应用逐渐向小型轻量化、功能精细化方向发展, 对材料的性能要求也从简单的结构支撑, 向弯曲、拉伸和冲压等专项成型能力转变。近年来, 随着钛材在生活用品行业的蓬勃发展, 对其精确控形和精准控性提出了更高要求。在此背景下, 钛材的各向异性作为深冲成型的

关键性能指标, 已成为现阶段材料加工企业关注的焦点。

纯钛在室温下为密排六方晶体结构, 其点阵常数为 $a=0.295\text{ nm}$, $c=0.468\text{ nm}$, 钛的晶体点阵常数轴比 $c/a\approx 1.586$ 。经典塑性变形理论指出, 位错滑移为金属塑性变形的机制, 其优先在原子最密排的晶面和晶向上形核, 而各晶面的原子密排程度会受到晶格轴比的影响。钛的 $\{10\bar{1}0\}$ 棱柱面和 $\{10\bar{1}1\}$ 棱锥面的原子密度分别为 $\{0001\}$ 基面的 1.0914 和

0.9580 倍, 因此 3 个密排面具有相近的密排程度, 其中棱柱面 $\{10\bar{1}0\}$ 为最密排面, 密排方向为 $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ ^[2], 它也是在室温变形过程中最易启动的滑移系。

由于纯钛具有较低的晶体对称性及较少的独立滑移系, 在变形热处理加工过程中极易形成明显的双峰织构, 其典型特征是 $\{0001\}$ 极图中最大极密度点从板面法向 (ND) 朝横向 (TD) 偏转 $30^\circ \sim 40^\circ$, 接近 $(11\bar{2}5)\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 织构或 $(10\bar{1}3)\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 织构^[3]。织构对纯钛的力学性能影响显著, 易导致严重的各向异性, 因此要控制纯钛的性能, 需深入研究其织构类型。Liu 等^[4] 研究发现, 常规冷轧退火处理后的钛板具有较强的各向异性, 经循环相变处理后, 各向异性明显降低, 其织构组成类型也发生明显变化。徐国富等^[5] 阐述了退火过程中晶粒长大与织构变化的关系, 前期织构变化显著, 但随着晶粒长大和退火时间的延长, 织构变化逐渐减慢。Jiang 等^[6] 研究发现, 工业纯钛板材冷轧后在 700°C 下退火 60 min 时, 主要织构组分为遗传的冷轧织构 $(11\bar{2}5)\langle 11\bar{2}3 \rangle$ 和再结晶织构 $(\bar{1}013)\langle 5\bar{2}30 \rangle$, 随着退火时间的延长, 其各向异性降低。张志波等^[7] 研究发现, TA1 纯钛板材冷轧退火时, 再结晶充分而晶粒不长大的温度为 $570 \sim 590^\circ\text{C}$, 超过该温度晶粒明显长大, 抗拉强度和屈服强度显著下降。在冷轧工艺方面, 张家铭等^[8] 采用换向轧制替代全纵轧, 使纯钛薄带形成 $(0001)\langle 10\bar{1}0 \rangle$ 和 $(0001)\langle 11\bar{2}0 \rangle$ 基面织构, 增加了密排六方晶体厚度方向的变形阻力, 降低了薄带的各向异性。吴佳欣^[9] 采用二次冷轧 (双轧程) 方法轧制 TA1 纯钛板材, 发现二次冷轧变形后的织构受一次冷轧变形程度的影响, 且随着变形量的增大, 最大极密度提高, 但总体各向异性较一次

冷轧有所降低。Huang 等^[10] 利用差速轧制的方法获取尽可能多的基面织构类型, 以提升纯钛板材的力学性能。综上所述, 降低退火温度、延长保温时间以及增加变形次数, 既能细化晶粒又能减弱 TA1 纯钛的各向异性, 提高其力学性能。由于不同冷加工变形与退火条件下, 纯钛织构和力学性能的差异性较大, 本文针对冷轧加工工艺及退火温度对织构强度的影响展开研究, 从织构强度变化方面分析其对力学性能各向异性的作用机制。

实验方法

工业纯钛在熔炼铸锭时, 应采用与其最终产品的使用要求和性能要求相匹配的海绵钛, 并控制杂质元素含量。本次实验选取 0 级海绵钛, 杂质元素见表 1。

表 1 杂质元素 (质量分数)

				%
Fe	O	N	H	C
0.028	0.048	0.0042	0.0013	0.0061

铸锭经锻造铣面后热轧成 4.0 mm 厚的半成品卷材, 在带卷头部中心区域, 取 3 片规格为 $4.0 \text{ mm} \times 400 \text{ mm} \times 400 \text{ mm}$ 的试样, 分别标记为 A 试样、B 试样和 C 试样, 用以进行不同冷轧工艺的实验。A 试样为单火次轧制, 终轧加工率为 85%; B 试样为两火次轧制, 终轧加工率为 70%; C 试样为三火次轧制, 终轧加工率为 50%, 具体轧制方案见表 2。由于 3 组试样轧制加功率不同, 为确保材料在退火后达到完全再结晶状态, 并获得晶界清晰的晶粒, 所有试样在轧制过程中均采用 680°C 保温 1 h 空冷的退火工艺。制备好的 3 组 0.6 mm 厚试样同样采用该退火工艺 (680°C 保温 1 h 空冷) 进行处理。

表 2 冷轧方案

试样编号	初始厚度/mm	单火次轧制厚度/mm	两火次轧制厚度/mm	三火次轧制厚度/mm	退火工艺
A	4.0	0.6			$680^\circ\text{C}/1 \text{ h}$
B	4.0	2	0.6		$680^\circ\text{C}/1 \text{ h}$
C	4.0	2	1.2	0.6	$680^\circ\text{C}/1 \text{ h}$

退火实验在箱式电阻炉中开展, 室温拉伸试验在 CMT5105 微机控制电子万能试验机上进行, 测试

方法遵循 GB/T 228.1—2021《金属材料 拉伸试验 第 1 部分: 室温试验方法》的规定。采用电子背散射衍

射 (EBSD) 技术表征试样的显微组织及织构, 所用试样通过线切割制备成 $8\text{ mm}\times 8\text{ mm}\times 0.6\text{ mm}$ 的小块, 经碳化硅砂纸由粗到细逐级打磨后, 采用机械抛光+电解抛光工艺制备试样, 电解抛光所用电解液为体积分数 10% 高氯酸+体积分数 90% 酒精溶液, 在 60 V 电压下电解抛光 45 s。EBSD 表征在 JSM-7001F 型扫描电镜上完成。

冷轧加工工艺实验结束后, 确定 3 组中各向异性最弱的试样冷轧方案, 并在该 4.0 mm 热卷带头中心区域再取 1 块 $4.0\text{ mm}\times 400\text{ mm}\times 400\text{ mm}$ 的试样, 标记为 D 试样, 按已确定各向异性最弱的冷轧方案重新制备冷轧态 $8\text{ mm}\times 8\text{ mm}\times 0.6\text{ mm}$ 试样, 分别在 580、620、650、680 和 720 $^{\circ}\text{C}$ 下保温 1 h 后空冷, 进行不同退火温度的再结晶退火实验, 分析退火温度对材料各向异性的影响。由于 TA1 钛板经不同加工率冷轧变形后, 变形组织中残留的储存能不同, 其为再结晶提供的驱动力也存在差异, 若采用 C 试样的轧制工艺, 为避免出现再结晶不充分的情况,

不考虑采用 620 $^{\circ}\text{C}$ 以下的退火工艺。

实验结果与分析

火次和变形量的影响

TA1 试样在不同冷轧工艺中获得的反极图 (IPF) 见图 1, 拉伸力学性能见表 3, 其中 TD 为横向, RD 为轧向。由图 1 可知, A、B、C 3 个试样的晶粒尺寸基本一致, 其中 A 试样平均晶粒度为 $34.5\text{ }\mu\text{m}$, B 试样为 $34.7\text{ }\mu\text{m}$, C 试样为 $33.5\text{ }\mu\text{m}$, 表明冷轧 TA1 试样经上述轧制退火工艺后, 晶体畸变得以消除, 材料发生完全再结晶。由于钛板中各晶粒的取向相同, 变形过程中各晶粒的变形行为存在差异, 且互相干扰和制约, 取向变化过程非常复杂。图 1 中, 晶粒的不同颜色反映晶粒间的取向关系, 同一颜色的晶粒具有相同或相近的取向, 经三火次、50% 终轧加工率的试样晶粒颜色更加均匀一致, 说明其各向异性程度低于另 2 个试样。

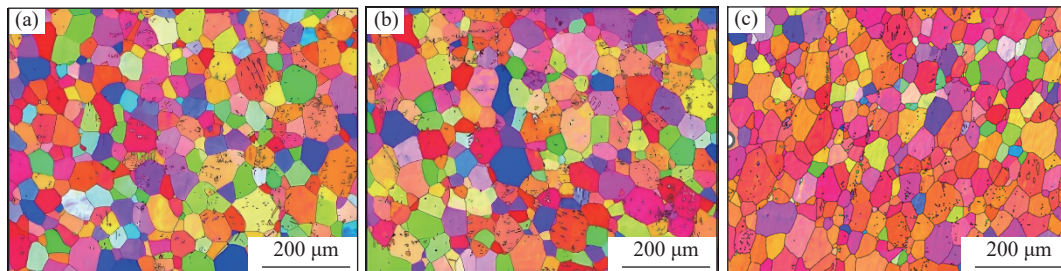


图 1 经不同冷轧工艺后 TA1 试样得到的反极图: (a) 试样 A; (b) 试样 B; (c) 试样 C

表 3 经不同冷轧轧制工艺后的拉伸力学性能

试样编号	方向	抗拉强度, R_m/MPa	屈服强度, $R_{p0.2}/\text{MPa}$	屈服强度差值, $\Delta R_{p0.2}/\text{MPa}$	伸长率, $A_{50}/\%$	伸长率差值, $\Delta A_{50}/\%$
A	TD	319	228	54	31.0	11.0
	RD	306	174		42.0	
B	TD	312	209	46	33.5	10.5
	RD	305	163		44.0	
C	TD	302	192	32	38.5	8.0
	RD	299	160		46.5	

表 3 中, 以钛材横纵向屈服强度差值 ($\Delta R_{p0.2}$)、伸长率差值 (ΔA_{50}) 表示其力学性能各向异性的显著程度, 可见 3 个试样的抗拉强度和屈服强度的规律相同, 均为横向大于纵向, 但伸长率与强度规律相反, 横向均小于纵向。随着加工火次的增多和终

轧加工率的减小, 抗拉强度逐渐降低, 屈服强度差异逐渐减小, 不同方向伸长率提升的同时差值也在减小, 导致此现象的主要原因是材料织构组织强度的变化。如图 2 所示, 3 个试样均为双峰织构, 随着轧制火次的增多和终轧加工率的减小, $\{0001\}$ 基面

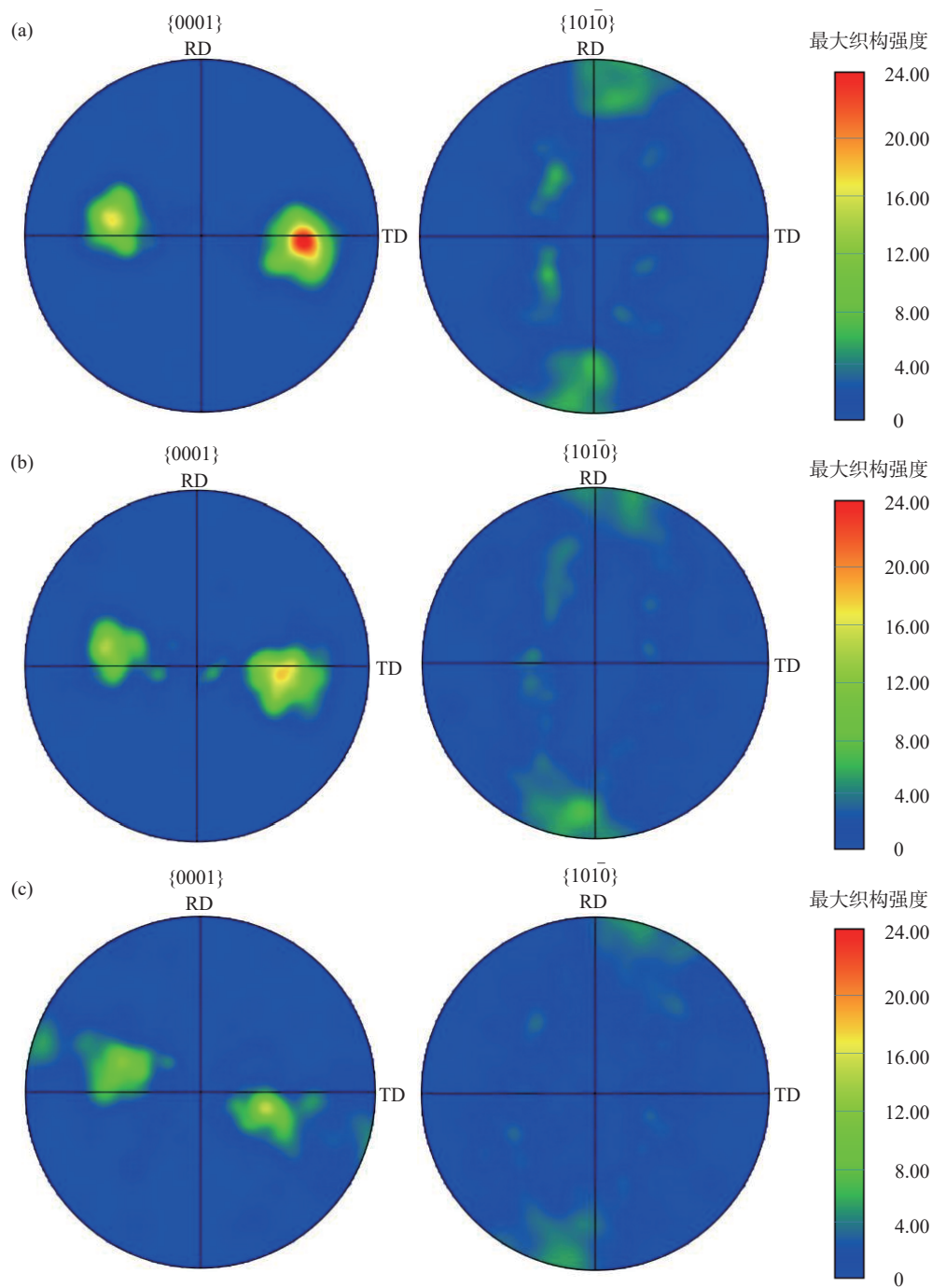


图2 经不同冷轧工艺后 TA1 试样得到的极图: (a) 试样 A; (b) 试样 B; (c) 试样 C

极点的发散程度逐渐减小, 最大极密度点从 RD 向 TD 偏转 37° 。A 试样的双峰织构强度为 20.9, B 试样为 14.5, C 试样为 12.6, 说明变形火次对再结晶织构具有较大影响, 多火次小变形量能够促使再结晶发生, 弱化双峰织构。

不同退火温度的影响

在各向异性最弱的 C 试样上制备 D 试样, 将 D 试样分别在 620 、 650 、 680 和 720°C 下退火, 保温 1 h 、空冷处理后获得反极图, 见图 3。各试样均发生完全再结晶, 其中 720°C 下平均晶粒度为

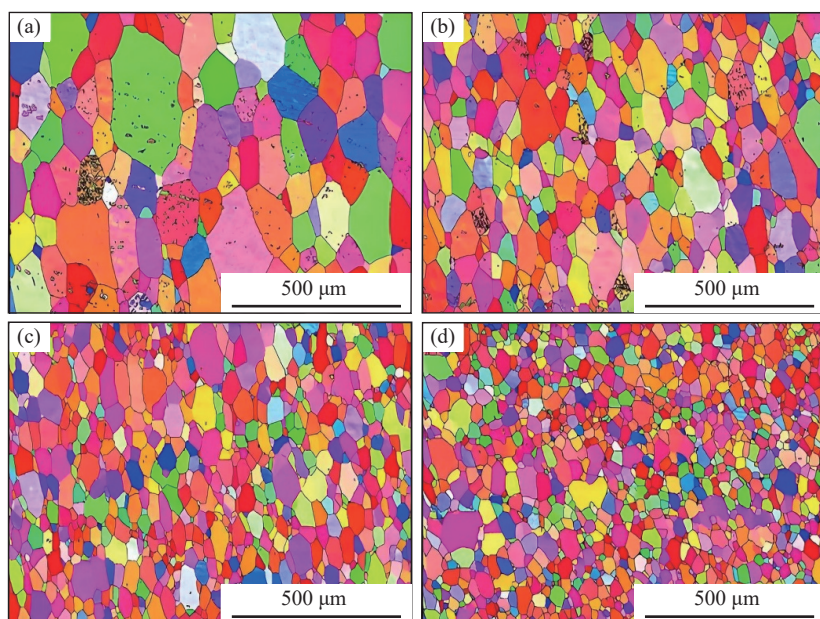


图3 D试样经不同温度退火后的反极图: (a) 720 °C; (b) 680 °C; (c) 650 °C; (d) 620 °C

66.9 μm , 680 °C 下为 33.5 μm , 650 °C 下为 26.5 μm , 620 °C 下为 18.9 μm 。由图 3 可知, 随着退火温度的降低, 平均晶粒度尺寸减小, 晶界增多, 材料强度随之增强。

D 试样经不同退火工艺后的拉伸力学性能见表 4。结果表明, 随着退火温度的降低, 其抗拉强度保持稳定, 屈服强度逐渐升高, 伸长率逐渐降低, 屈服强度差值和伸长率差值逐渐减小, 各向异性明显降低, 这是由于退火温度对材料的织构产生了影响。不同工艺退火后的极图如图 4 所示, 试样均呈现双峰织构, 表现为 $\{0001\}$ 基面的最大极密度点从 RD 向 TD 偏转 35°。其中, 720 °C 退火后的双峰织构强度为 15.9, 680 °C 退火后为 12.5, 650 °C 退火

后为 7.6, 620 °C 退火后为 6.9。冷轧 TA1 板的织构主要以 $(0001)\langle 1\bar{3}20 \rangle$ 、 $(0001)\langle 1\bar{2}10 \rangle$ 、 $(11\bar{2}4)\langle 11\bar{2}1 \rangle$ 和 $(11\bar{2}5)\langle 1\bar{1}00 \rangle$ 等织构组分为主, 其中 $(11\bar{2}5)\langle 1\bar{1}00 \rangle$ 织构强度较高, 为主要的织构类型。退火后, 冷轧织构组分强度减弱, 620 °C 时生成 $(011\bar{3})\langle 2\bar{1}\bar{3}0 \rangle$ 和 $(11\bar{2}2)\langle 1\bar{1}00 \rangle$ 织构组分, 这主要是由于退火处理后晶粒择优形核与生长; 680 °C 时, 这 2 种再结晶织构强度进一步升高; 随着退火温度继续升高, 除了晶粒吞并长大, 一些亚稳定取向的晶粒会向着稳定取向转动, 促使 $(011\bar{3})\langle 2\bar{1}\bar{3}0 \rangle$ 和 $(11\bar{2}2)\langle 1\bar{1}00 \rangle$ 2 种织构迅速增强, 且未发现其他较强织构类型生成。综上所述, 退火温度对双峰织构强度影响较大, 随着退火温度的降低, 双峰织构强度减弱。

表 4 D 试样经不同退火工艺后的拉伸力学性能

温度/°C	方向	R_m/MPa	$R_{p0.2}/\text{MPa}$	$\Delta R_{p0.2}/\text{MPa}$	$A_{50}/\%$	$\Delta A_{50}/\%$
720	TD	299	190	41	39.0	11.0
	RD	298	149		50.0	
680	TD	302	192	32	38.5	8.0
	RD	299	160		46.5	
650	TD	304	204	29	37.0	7.5
	RD	302	175		44.5	
620	TD	308	208	23	36.0	6.0
	RD	305	185		42.0	

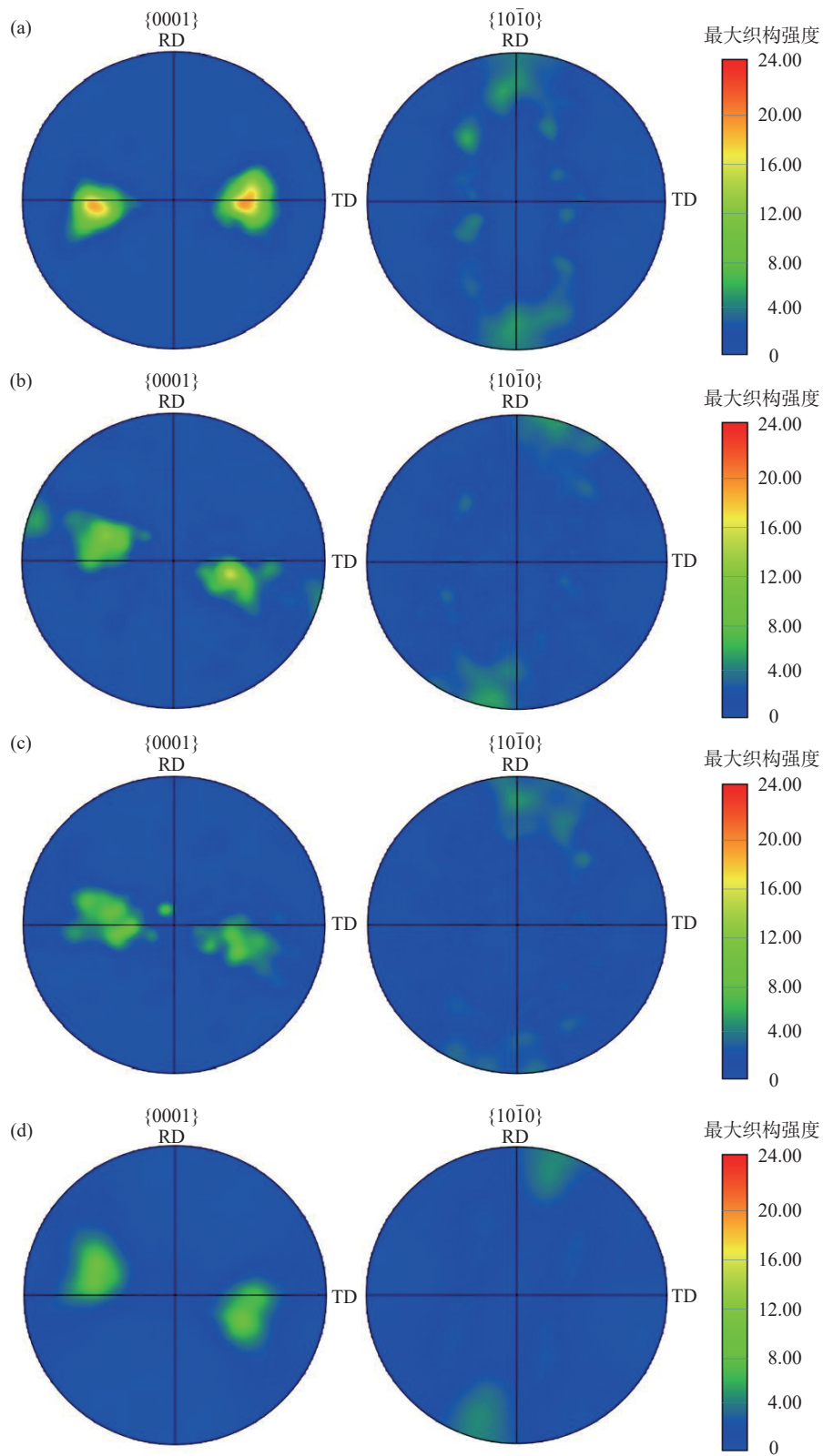


图 4 试样 D 经不同退火工艺后的极图: (a) 720 °C; (b) 680 °C; (c) 650 °C; (d) 620 °C

结束语

(1) 多火次小变形量的冷轧加工工艺有助于提升材料基面织构的占比,降低双峰织构强度,使材料更趋于各向同性。

(2) 退火温度影响材料的双峰织构强度,随着退火温度的升高,双峰织构强度增加,各向异性明显。

(3) 在三火次、终轧加工率 50%、620 °C 再结晶退火的工艺条件下,TA1 钛材双峰织构强度降低,材料各向异性程度最低。

参考文献

- [1] 海敏娜,黄帆,王永梅.浅析钛及钛合金在海洋装备上的应用.金属世界,2021(5): 16
- [2] 黄照文.多晶纯钛的孪生行为与力学性能研究[学位论文].南京:南京理工大学,2020
- [3] 许峰,林芷民,缪茹萍,等.FSP 表面改性纯钛的微结构和织构.稀有金属材料与工程,2023,52(9): 3206
- [4] Liu J M, Chen I G, Chou T S, et al. On the deformation texture of square-shaped deep-drawing commercially pure Ti sheet. *Mater Chem Phys*, 2003, 77(3): 765
- [5] 徐国富,崔雪敏,彭小燕,等.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
- [6] Jiang H T, Liu J X, Mi Z L, et al. Texture evolution of commercial pure Ti during cold rolling and recrystallization annealing. *Int J Mine Metall Mater*, 2012, 19(6): 530
- [7] 张志波,施哲,张卫强,等.退火温度对 TA1 冷轧钛板组织与性能的影响.材料热处理学报,2014,35(10): 44
- [8] 张家铭,余伟,史佳新,等.工业纯钛 TA1 薄带制备工艺对织构与性能的影响.稀有金属,2021,45(8): 905
- [9] 吴佳欣.二次冷轧及退火对工业纯钛微观组织及织构演变的影响[学位论文].重庆:重庆大学,2019
- [10] Huang X S, Suzuki K, Chino Y. Improvement of stretch formability of pure titanium sheet by differential speed rolling. *Scripta Mater*, 2010, 63(5): 473

作者简介:高尚飞(1991—),男,辽宁省沈阳市人,工程师,2014年毕业于沈阳理工大学材料成型及控制工程专业。主要研究方向:有色金属材料加工及热处理。通信地址:沈阳市苏家屯区桂花街 358 号;E-mail: 1575553263@qq.com。