

# 室温 ECAP 和冷轧复合变形工业纯钛的组织 and 性能 \*

付文杰 赵西成 杨西荣 兰新哲

(西安建筑科技大学冶金学院 西安 710055)

**摘要** 采用 ECAP 技术和常规冷轧复合变形工艺制备了高强度工业纯钛, 研究了复合变形后试样的力学性能与显微组织的关系. 结果表明, 工业纯钛经室温单道次 ECAP 和冷轧复合变形后, 晶粒被严重拉长, 形成了明显的纤维状组织, 试样的抗拉强度高达 805 MPa; 随着冷轧变形量的增大, 变形组织的细化程度和均匀性提高, 使试样的强度和塑性进一步提高. 位错滑移和孪生是工业纯钛室温 ECAP 和冷轧复合变形的的主要变形机制.

**关键词** 金属材料, ECAP, 冷轧, 工业纯钛, 纤维组织, 力学性能

**分类号** TG146

**文章编号** 1005-3093(2008)03-0303-04

## Microstructure and properties of titanium processed by room-temperature ECAP and cold rolling

FU Wenjie ZHAO Xicheng\*\* YANG Xirong LAN Xinzhe

(School of Metallurgical Engineering, Xi'an University of Architecture & Technology, Xi'an 710055)

\* Supported by National Nature Science Foundation of China No.5043430, Special Programs Foundation of Ministry of Education of Shaanxi Province No.07JK307, and the National Nature Science Foundation of Shaanxi Province No.2005E105. Manuscript received July 6, 2007; in revised form February 9, 2008.

\*\* To whom correspondence should be addressed, Tel:(029)82202284, E-mail: zhaoxjd@163.com

**ABSTRACT** A two step process combining equal channel angular pressing (ECAP) and cold rolling (CR) has been developed to process commercial pure (CP) Ti. Microstructure and mechanical properties of as-deformed Ti were investigated. Room-temperature ECAP and CR significantly elongated grains and the original microstructure formed into fibrous tissue, and ultimate tensile strength as high as to 805 MPa was obtained; the deformed microstructure became more refinement and uniform with the increase of the CR reduction, which consequently improved the strength and ductility. The results indicate that the slip of dislocation and twinning behavior in CP Ti are the main deformation mechanism during room-temperature ECAP and CR.

**KEY WORDS** metallic materials, ECAP, cold rolling, commercial purity titanium, fibrous microstructure, mechanical properties

钛和钛合金具有较高的比强度、良好的耐腐蚀性和生物相容性, 在航空、航天、车辆工程、医学工程等领域有广阔的应用前景. Ti-6Al-4V 合金可以用作人体植入件, 但是其中的 V 和 Al 对生物体有害<sup>[1-4]</sup>, 因此人们希望用纯钛代替, 但纯钛的强度比较低. 等径弯曲通道变形 (Equal Channel Angular Pressing) 是一种强烈塑性变形技术, 能有效细化晶粒, 提高材料性能<sup>[5]</sup>. 与一些制备超细晶材料的传统方法 (如蒸发凝聚一原位冷压成型法、高能球磨法和非晶晶化

法) 相比, ECAP 技术不但能消除冷压合成超细晶样品中的大量微孔隙和杂质<sup>[6,7]</sup>, 还能制备出三维大尺寸的致密超细晶材料. 目前, ECAP 技术已成功应用于 Al、Cu、低碳钢等金属材料<sup>[8-10]</sup>. 钛是密排六方结构的金属, 变形能力差, 因此工业纯钛的 ECAP 变形一般是在高温下进行<sup>[11-14]</sup>. 改变模具的参数、挤压速度和润滑条件可实现对工业纯钛的室温 ECAP 变形<sup>[15]</sup>, 大大提高其屈服强度和抗拉强度, 但仍达不到 Ti-6Al-4V 合金的水平. 为了进一步提高工业纯钛的强度, 本文对工业纯钛进行室温 ECAP 和冷轧复合变形, 研究其力学性能与微观组织的关系.

\* 国家自然科学基金重点资助项目 (5043430), 陕西省教育厅专项基金 (07JK307) 及陕西省自然科学基金 (2005E105) 资助项目.  
2007 年 7 月 6 日收到初稿; 2008 年 2 月 9 日收到修改稿.  
本文联系人: 赵西成, 教授

### 1 实验方法

试验材料为热轧状态的工业纯钛 (TA2), 化学成

分(质量分数)为: 0.16% O、0.02 %H、0.024 %N、0.01 %C, 和 0.14 %Fe; 平均晶粒尺寸约 28  $\mu\text{m}$ , 具有等轴状单相  $\alpha$  组织<sup>[15]</sup>. 将工业纯钛实验材料切割成尺寸为 15.0 mm $\times$ 15.0 mm $\times$ 80 mm 的 ECAP 试样; 对工业纯钛进行室温挤压时, 使用 MoS<sub>2</sub> 与石墨制成的复合润滑剂, 模具的两通道夹角  $\Phi=120^\circ$ , 外圆角  $\Psi=20^\circ$ , 单道次等效真应变为  $\sim 0.635$ <sup>[16]</sup>. ECAP 变形后, 在  $\Phi 250$  mm $\times$ 800 mm 的二辊轧机上对试样进行冷轧变形, 以 ECAP 变形试样的上表面为轧制面, 试样不作任何旋转和中间退火, 冷轧每道次的压下量约为 2%, 最终冷轧变形量为 44% 和 55%.

沿冷轧试样的断面(X面)和纵面(Y面)截取金相试样, 沿断面截取电镜试样, 然后分别在 XJZ-6A 光学显微镜和 JEM-2000EM 透射电子显微镜下观察其微观组织. 沿变形试样的纵向截取拉伸试样, 标距尺寸为 10 mm $\times$ 4 mm $\times$ 2 mm. 拉伸实验在 WDW-100 型电子拉伸机上进行, 用 401MWD 型数显显微维氏硬度计测量硬度, 加载时间 10 s, 加载载荷 300 g.

## 2 结果与讨论

由图 1 可以看出, 在室温单道次 ECAP 与冷轧复合变形后, 工业纯钛试样的表面光滑平整, 未出现裂纹. 这表明, 工业纯钛在室温 ECAP 变形后, 可进行变形量高达 55% 的冷轧变形.

工业纯钛室温单道次 ECAP 和冷轧复合变形试样的力学性能列于表 1, 压下量为 44% 的冷轧变形, 试样强度未发生明显变化, 但塑性有较大提高, 延伸率由 ECAP 变形的 14% 提高到 16.1%. 当压下量提高到 55% 时, 工业纯钛的强度有很大的提高, 屈服强度和抗拉强度分别达到 715 MPa 和 805 MPa, 并保持较高的塑性, 延伸率达到 16.8%. 对于复合变形的试样, 硬度和强度也在室温单道次 ECAP 变形试样的基础上有所提高, 但提高的幅度不大.

与室温单道次 ECAP 变形后的光学组织<sup>[15]</sup>相比, 进一步的冷轧变形使工业纯钛的晶粒沿轧制方向拉长, 晶界变的模糊、不清晰, 形成纤维状组织(图 2). 这与工业纯钛经高温 ECAP 加冷轧或冷挤后所



图 1 工业纯钛经室温 ECAP 与冷轧复合变形后试样的宏观形貌

Fig.1 Macrograph of CP Ti processed by room-temperature ECAP, followed by CR, (a) a strain of 44% and (b) a strain of 55%

观察到的组织几乎相同<sup>[12,13]</sup>, 但是晶粒拉长的现象更加明显. ECAP 形成的孪晶也在随后的冷轧过程中发生碎化, 且从光学显微图中不能清晰地观察到孪晶的形貌. 此外, 在复合变形试样的部分晶界处可观察到少量小晶粒, 可能是在变形过程中发生了动态再结晶.

工业纯钛室温单道次 ECAP 变形后, 冷轧变形量越大, 变形组织分布越均匀. 在横向上, 随着冷轧变形量的增加, ECAP 变形组织被压扁拉长(图 2a 和图 2c); 在纵向上, 44% 冷轧变形试样的组织沿与水平成  $30^\circ$  的方向拉长, 而 55% 冷轧变形试样的组织其拉长方向几乎与轧制方向平行, 形成的纤维状组织更加精细和均匀(图 2b 和图 2d).

从图 3 可见, 复合变形使试样在室温 ECAP 变形的基础上发生了更大的塑性应变, 其电镜组织仍主要为板带状组织. 压下量 44% 冷轧试样组织中的板带宽度为 0.4-0.5  $\mu\text{m}$ , 与室温单道次 ECAP 变形后形成的板带宽度基本相同<sup>[15]</sup>, 且板带内也含有大量的位错缠结, 形成近似位错胞状的组织(图 3a). 随着冷轧变形量的增大, 板带宽度明显变窄( $\sim 0.3$   $\mu\text{m}$ ), 板带内位错密度增加(图 3b), 这可能是压下量 55% 冷

表 1 工业纯钛经 ECAP 与冷轧复合变形后试样的力学性能

Table 1 Mechanical properties of CP Ti processed by room-temperature ECAP, followed by CR

State	YS/MPa	UTS/MPa	$\delta$ /%	HV/MPa
As-received	405	534	41.4	1550
ECAP	680	780	14.0	2434
ECAP+44%CR	680	783	16.1	2402
ECAP+55%CR	715	805	16.8	2446
Ti-6Al-4V	795	860	10.0	-

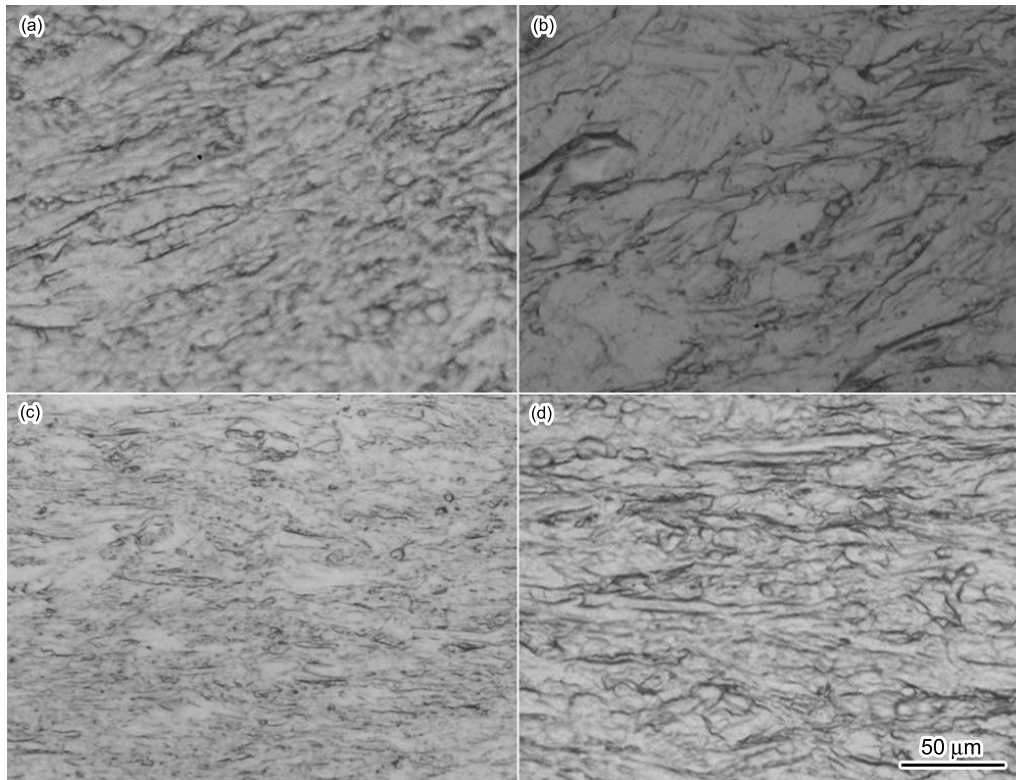


图 2 工业纯钛经室温 ECAP 和冷轧复合变形后试样的光学显微组织

Fig.2 Optical microstructure of CP Ti processed by room-temperature ECAP, followed by CR (a) a strain of 44%, cross-section; (b) longitudinal section; (c) a strain of 55%, cross-section; (d) longitudinal section

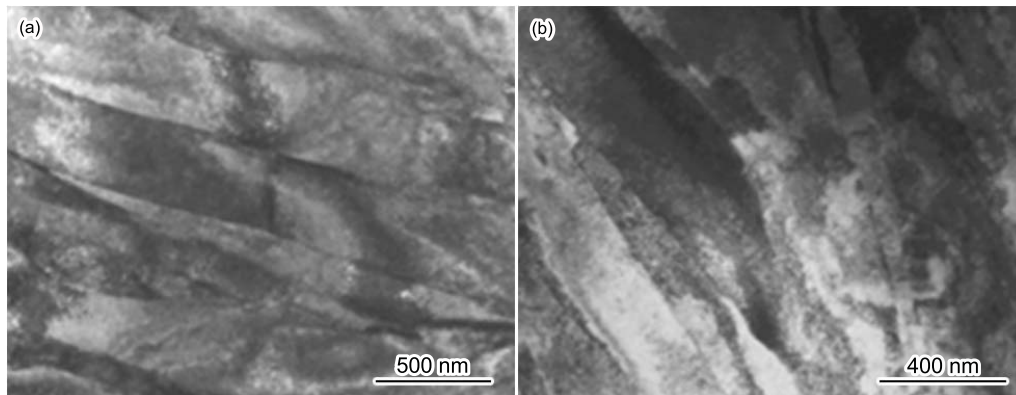


图 3 工业纯钛经室温 ECAP 与冷轧复合变形后试样 X 面的 TEM 显微组织

Fig.3 TEM micrographs from transverse section of CP Ti processed by room-temperature ECAP, followed by CR for (a) a strain of 44% and (b) a strain of 55%

轧试样比 44% 冷轧试样强度和硬度高的主要原因。压下量 44% 冷轧变形试样的孪晶带宽约  $0.2 \mu\text{m}$ , 比较平直, 在其他十几处视场中也同样观察到类似的孪晶 (图 4)。与室温单道次 ECAP 变形的情况比较, 复合变形试样的孪晶数量在整个视场上并无明显变化。

多晶体材料塑性变形时, 为了保证变形的连续性每个晶粒必须有 5 个独立的滑移系开动。工业纯钛属于密排六方结构金属, 由于独立滑移系少, 不能提

供变形所必须的 5 个独立的滑移系。因此工业纯钛塑性变形时, 必须孪生和滑移相结合, 以保证变形的连续性。变形开始时, 取向有利的晶粒先开动易滑移的滑移系, 当滑移受到阻碍时位错塞积造成高度的应力集中从而诱发孪生。孪生改变晶体的取向, 使滑移进一步进行; 另一方面, 位错塞积使晶体转动, 由硬取向转为软取向, 开动其他滑移系, 导致先后启动的滑移系相互分割, 位错密度提高并互相缠结, 在板条内

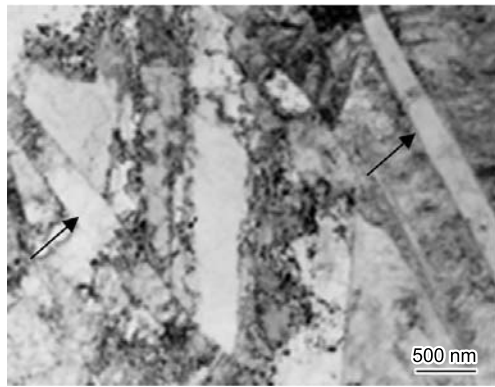


图4 工业纯钛经室温 ECAP 与 44% 冷轧复合变形后试样的孪晶形貌

Fig.4 The micrograph of twinning of CP Ti processed by room-temperature ECAP, followed by CR for a strain of 44%

形成位错胞(图 3a),随着变形量的增大,逐渐形成均匀精细的纤维状组织(图 2)。因此,位错滑移和孪生是工业纯钛室温 ECAP 和冷轧复合变形的主要变形机制。

工业纯钛经室温单道次 ECAP 和 44% 冷轧变形后,强度没有显著提高。进一步的冷轧变形使位错密度提高(图 3b),组织也进一步碎化,晶界增加,形成的纤维状组织更加精细和均匀(图 2c 和图 2d),导致强度较大幅度的提高。室温单道次 ECAP 变形试样经冷轧变形后塑性提高,可能是由于变形时形成的变形织构和组织的方向性(纤维状组织)以及晶粒的破碎细化。

### 3 结 论

工业纯钛经室温单道次 ECAP 和 55% 冷轧复合变形后,抗拉强度高于 800 MPa。工业纯钛经室温单道次 ECAP 和冷轧复合变形后,形成含有高密度位错和孪晶的纤维状组织,是复合变形强化的主要原因。位错滑移和孪生是工业纯钛室温 ECAP 和冷轧复合变形的主要变形机制。

### 参 考 文 献

- 1 V.Latysh, Gy.Krallics, I.Alexandrov, A.Fodor, Application of bulk nanostructured materials in medicine, *Current Applied Physics*, **6**, 262(2006)
- 2 ZHANG Yumei, GUO Tianwen, The researches on titanium and titanium alloy in dental use, *Journal of Biomedical Engineering*, **17**(2), 206(2000)  
(张玉梅, 郭天文, 钛及钛合金在口腔科应用的研究方向, *生物医学工程学杂志*, **17**(2), 206(2000))
- 3 NING Chongqin, ZHOU Yu, Development and research status of biomedical titanium alloys, *Material Science and Technology*, **3**(10), 100(2002)  
(宁聪琴, 周 玉, 医用钛合金的发展及研究现状, *材料科学与工艺*, **3**(10), 100(2002))

- 4 M.Long, H.J.Rack, Titanium alloys in total joint replacement-a materials science perspective, *Biomaterials*, **19**, 1621(1998)
- 5 B.S.Lee, M.H.Kim, S.K.Hwang, S.I.Kwun, S.W.Chae, Grain refinement of commercially pure zirconium by ECAP and subsequent intermediate heat treatment, *Mater. Sci. Eng.*, **303**, 1087(2007)
- 6 R.Z.Valiev, R.K.Islamgaliev, I.V.Alexandrov, Bulk nanostructured materials from severe plastic deformation, *Progress in Materials Science*, **45**, 103(2000)
- 7 M.Furukawa, Z.Horita, M.Nemoto, T.G.Longdon, Review processing of metals by equal channel angular pressing, *Journal of Mater. Sci.*, **36**, 2835(2001)
- 8 ZHENG Lijing, CHEN Changqi, ZHOU Tietao, LIU Peiying, ZENG Meiguang, Grain-refining mechanism of ECAP and its effect on microstructures and mechanical properties of pure Al, *Rare Metal Materials and Engineering*, **33**(12), 1325(2004)  
(郑立静, 陈昌麒, 周铁涛, 刘培英, 曾梅光, ECAP 细晶机制及对纯铝显微组织和力学性能的影响, *稀有金属材料与工程*, **33**(12), 1325(2004))
- 9 SHI Fengjian, WANG Jianmin, XU Xiaojing, Study on recrystallization behavior of ultra-fine grain Copper fabricated by equal channel angular pressing, *Hot Working Technology*, (12), 24(2005)  
(石凤健, 汪建敏, 许晓静, ECAP 法制备超细晶铜的再结晶行为研究, *热加工工艺*, (12), 24(2005))
- 10 ZHAO Xicheng, YAO Xiaochun, LIU Xiaoyan, Effects of ECAP on microstructures and mechanical properties of 20mnsi steel, *Journal of Materials Science and Engineering*, **24**(3), 396(2006)  
(赵西成, 姚筱春, 刘晓燕, ECAP 变形对钢组织与性能的影响, *材料科学与工程学报*, **24**(3), 396(2006))
- 11 V.V.Stolyarov, Y.T.Zhu, I.V.Alexandrov, T.C.Lowe, R.Z.Valiev, Influence of ECAP routes on the microstructure and properties of pure Ti, *Mater. Sci. Eng.*, **299A**, 59(2001)
- 12 V.V.Stolyarov, Y.T.Zhu, T.C.Lowe, R.Z.Valiev, Microstructure and properties of pure Ti processed by ECAP and cold extrusion, *Mater. Sci. Eng.*, **303A**, 82(2001)
- 13 V.V.Stolyarov, Y.T.Zhu, I.V.Alexandrov, T.C.Lowe, R.Z.Valiev, Grain refinement and properties of pure Ti processed by warm ECAP and cold rolling, *Mater. Sci. Eng.*, **343A**, 43(2003)
- 14 I.Kim, J.Kim, D.H.Shin, C.S.Lee, S.K.Hwang, Effects of equal channel angular pressing temperature on deformation structures of pure Ti, *Mater. Sci. Eng.*, **342A**, 302(2003)
- 15 FU Wenjie, ZHAO Xicheng, YANG Xirong, ZHENG Yanxia, Microstructure and properties of titanium processed by equal channel angular pressing at room temperature, *Hot Working Technology*, **36**(18), 21(2007)  
(付文杰, 赵西成, 杨西荣, 郑艳霞, 室温等径弯曲通道变形工业纯钛的组织及性能研究, *热加工工艺*, **36**(18), 21(2007))
- 16 Y.Iwahashi, J.Wang, Z.Horita, Principle of equal channel angular pressing for the processing of ultrafine grained materials, *Scr. Mater.*, **35**, 143(1996)